

DOCKET NO: 290840US3PCT

IN THE UNITED STATES PATENT & TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF :  
KOUKI IKARASHI, ET AL. : EXAMINER: TRAN, T.S.  
SERIAL NO: 10/579,717 :  
FILED: MAY 17, 2006 : ART UNIT: 3742  
FOR: METAL VAPORIZING HEATING :  
ELEMENT AND METAL  
VAPORIZING METHOD

PETITION UNDER 37 C.F.R. §1.181

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

Petitioners respectfully request the Office to invoke the supervising authority of the Commissioner under 37 C.F.R. §1.181 and provide the following remedies:

- (1) Withdraw the Office Action mailed November 9, 2011, as being incomplete and based upon the incorrect set of pending claims and direct the Examiner to provide examination of the claims as amended on May 17, 2006;
- (2) Direct the U.S. PCT Receiving Branch to provide a corrected Notification of Acceptance under 35 U.S.C. §371 indicating that the date of National Stage entry for the above-identified application is May 17, 2006; and
- (3) Instruct the U.S. PCT Receiving Branch and the Office of Data Management to correct the record for this application to ensure that all IDS documents that were filed May 17, 2006, are a part of the official record.

FACTS RELEVANT TO EACH REQUEST AND BASIS FOR REMEDIAL ACTION

**(1) The Office Action mailed November 9, 2011 is incomplete and not based upon the claims pending for examination. Thus, this Office Action should be withdrawn.**

37 C.F.R. §1.104(b) mandates:

(b) *Completeness of examiner's action.* The examiner's action will be complete as to all matters, except that in appropriate circumstances, such as misjoinder of invention, fundamental defects in the application, and the like, the action of the examiner may be limited to such matters before further action is made. However, matters of form need not be raised by the examiner until a claim is found allowable. (*emphasis added*; see also MPEP 707.07)

That is, Applicants are entitled to examination of each pending claim that is drawn to elected subject matter in each Office Action, with certain enumerated exceptions (none of which apply here). In the case at issue, this mandate has not been met.

Specifically, on page 2 of the Office Action mailed November 9, 2011, the Examiner objects to claims 4-16 under 37 C.F.R. §1.75(c) as being “in improper form because a multiple dependent claim cannot depend from a multiple dependent claim.” Accordingly, the Examiner states that “claims 4-16 [have] not been further treated on the merits.”

Petitioners respectfully submit that this indication by the Examiner is in error as all multiple dependencies in this application were removed by way of Preliminary Amendment filed on May 17, 2006. Thus, Examiner of this application is contrary to the mandate of 37 C.F.R. §1.104(b) in that Petitioners have not been afforded examination of all pending claims and, as such, the Examiner's action is not complete as to all matters. The treatment of the claims in this application is directly prejudicial to Petitioners and prevents them from obtaining fair, prompt, and complete examination as to all that they have claimed.

On January 3, 2012 and January 4, 2012, Petitioners undersigned Representative discussed the foregoing and the Preliminary Amendment filed on May 17, 2006, with Examiner Tran. After a complete review of the Office's Public PAIR system and the Office's eDANS system, it was determined that the Office has misplaced the Preliminary Amendment filed May 17, 2006.

To correct the Office's addition error and to make the record complete, attached to this Petition as Exhibit A, Petitioners **submit herewith** the following documents:

- (a) a copy of the signed Preliminary Amendment that was filed on May 17, 2006; and
- (b) a copy of the dated-stamped filing receipt from May 17, 2006, evidencing timely filing of the Preliminary Amendment (see the ninth bulleted entry in the left column).

In view of the foregoing, Petitioners respectfully request that the Director withdraw the Office Action mailed November 9, 2011, as being incomplete and based upon the incorrect set of pending claims. Petitioners also respectfully request that the Director direct the Examiner to provide examination of the claims as amended on May 17, 2006, which is evidenced by the documents in Exhibit A submitted herewith.

***(2) The Office's records improperly indicate the date of compliance with 35 U.S.C. §371(c) as June 11, 2008. This date should be corrected to be May 17, 2006.***

Relevant to this issue is 37 C.F.R. §1.491, which also relates to National Stage commencement and entry and provides:

*37 CFR 1.491 National stage commencement and entry.*

- (a) Subject to 35 U.S.C. 371(f), the national stage shall commence with the expiration of the applicable time limit under PCT Article 22(1) or (2), or under PCT Article 39(1)(a).

(b) An international application enters the national stage when the applicant has filed the documents and fees required by 35 U.S.C. 371(c) within the period set in § 1.495.

35 U.S.C. §371(c) provides

- (c) The applicant shall file in the Patent and Trademark Office -
  - (1) the national fee provided in section 41(a) of this title;
  - (2) a copy of the international application, unless not required under subsection (a) of this section or already communicated by the International Bureau, and a translation into the English language of the international application, if it was filed in another language;
  - (3) amendments, if any, to the claims in the international application, made under article 19 of the treaty, unless such amendments have been communicated to the Patent and Trademark Office by the International Bureau, and a translation into the English language if such amendments were made in another language;
  - (4) an oath or declaration of the inventor (or other person authorized under chapter 11 of this title) complying with the requirements of section 115 of this title and with regulations prescribed for oaths or declarations of applicants;
  - (5) a translation into the English language of any annexes to the international preliminary examination report, if such annexes were made in another language.

According to the foregoing, the National Stage entry date for an application entering the U.S. is the date when the applicant has filed the documents and fees required by 35 U.S.C. 371(c). Contrary to the Office's indication that the above-identified application entered the National Stage on June 11, 2008, Petitioners submit that all required documents and fees required by 35 U.S.C. 371(c) were timely and properly filed on May 17, 2006.

On August 4, 2008, Petitioners brought this error to the Office's attention in a "Request for Corrected Notice of Acceptance". This Request, begged the U.S. PCT Receiving Branch to provide a corrected Notification of Acceptance under 35 U.S.C. §371 and asserting that:

The Date of Receipt of 35 U.S.C. 371(c)(1), (c)(2) and (c)(4) Requirements is incorrect.

AND

The Date of Receipt of all 35 U.S.C. 371 requirements is incorrect.

To evidence the same, attached to the Request, Petitioners filed a copy of the dated-stamped filing receipt from May 17, 2006, evidencing the timely filing of all documents required by 35 U.S.C. §371(c), including the executed Declaration. Accordingly, the Request begged that the Office correct the date of acceptance to May 17, 2006. The Office has not provided any response to this request.

Attached to this Petition as Exhibit B, Petitioners **submit herewith** a copy of all documents filed on August 4, 2008, including a copy of the Electronic Acknowledgement Receipt evidencing timely filing thereof.

In view of the foregoing, Petitioners submit that all required documents and fees required by 35 U.S.C. 371(c) were timely and properly filed on May 17, 2006. Accordingly, Petitioners respectfully request that the Director direct the U.S. PCT Receiving Branch to provide a corrected Notification of Acceptance under 35 U.S.C. §371 indicating that date of National Stage entry for the above-identified application is May 17, 2006.

***(3) The Office's records for this application appear to be incomplete as to the IDS documents filed on May 17, 2006. It is requested that the Director instruct the U.S. PCT Receiving Branch and the Office of Data Management to correct the record for this application.***

As stated above, Petitioners undersigned Representative discussed this application with Examiner Tran on January 3, 2012 and January 4, 2012. Also on January 4, 2012, Petitioners undersigned Representative discussed this application with Supervisory Examiner Hoang. Based on this discussion, there was additional confusion related to the documents for

this application. Examiner Hoang indicated that the Office's records show almost no documents that were filed on May 17, 2006. Although some of these documents were filed on June 11, 2008, together with an explanation that the same were filed on May 17, 2006 and a copy of the date-stamped filing receipt evidencing filing of the same, it appears that some documents are still not in the Office's records including the Information Disclosure Statement filed May 17, 2006.

Accordingly, to ensure that the Office's records are complete, Petitioners respectfully request that the Director instruct the U.S. PCT Receiving Branch and the Office of Data Management to correct the record for this application and ensure that the documents **submitted herewith** as Exhibit C are properly in the Office's files. Specifically, Petitioners submit in Exhibit C a copy of all IDS documents as filed on May 17, 2006, , together with the date-stamped filing receipt evidencing timely filing thereof.

This action is timely filed within two months of the mailing date of the action or notice from which relief is requested (37 C.F.R. §1.181(f)). Thus, in view of the foregoing, Petitioners submit that this Petition under 37 C.F.R. §1.181 should GRANTED in its entirety and remedial action consistent with (1) - (3) on page 1 of the Petition be taken without delay. Early notification of such action is earnestly solicited.

Customer Number

22850

Tel: (703) 413-3000  
Fax: (703) 413-2220

Respectfully submitted,  
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, L.L.P.



Vincent K. Shier, Ph.D.  
Registration No. 50,552

# EXHIBIT A

Due Date May 20, 2006

OSMM&N File No. 290840US3PCT

By CIM/Jty/FF

Serial No. New U.S. PCT Application based on PCT/JP04/17023

In the matter of the Application of Kouki IKARASHI, et al.

For METAL VAPORIZING HEATING ELEMENT AND METAL VAPORIZING METHOD

The following has been received in the U.S. Patent Office on the date stamped hereon:

- 31 pgs. Specification 16 Claims (English Translation)
- Declaration (3 pages)
- Application Data Sheet (3 pages)
- Notice of Priority
- Dep. Acct. Order Form
- Credit Card Payment Form for \$900.00
- Drawings (4 sheets)
- PCT Transmittal Letter
- Preliminary Amendment
- PCT/IB/304  PCT/IB/308
- Information Disclosure Statement  PTO-1449
- Cited References (8)  Statement of Relevancy
- International Search Report
- Case Specific Power of Attorney (with attached copy of Assignment)



Linked to

5/18/06  
DATE

SERIAL NO. \_\_\_\_\_

DATE RECEIVED \_\_\_\_\_

Docket No. 290840US3PCT

IN RE APPLICATION OF: Kouki IKARASHI, et al.

SERIAL NO: NEW U.S. PCT APPLICATION (based on PCT/JP04/17023)

FILED: HEREWITH

FOR: METAL VAPORIZING HEATING ELEMENT AND METAL VAPORIZING METHOD

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

Transmitted herewith is an amendment in the above-identified application.

No additional fee is required

Small entity status of this application under 37 C.F.R. §1.9 and §1.27 is claimed.

Additional documents filed herewith: English Translation of Specification/Declaration/Application Data Sheet  
Notice of Priority/Credit Card Payment Form for \$900.00/Drawings (4 Sheets)  
PCT Transmittal Letter/Preliminary Amendment/PCT/IB/304/PCT/IB/308  
Information Disclosure Statement/PTO-1449/Cited References (8)  
Statement of Relevancy/International Search Report  
Case Specific Power of Attorney (with attached copy of Assignment)

The Fee has been calculated as shown below:

CLAIMS	CLAIMS REMAINING		HIGHEST NUMBER PREVIOUSLY PAID	NO. EXTRA CLAIMS	RATE	CALCULATIONS
TOTAL	16	MINUS	20	0	x \$50 =	\$0.00
INDEPENDENT	1	MINUS	3	0	x \$200 =	\$0.00
APPLICATION SIZE		MINUS	100	0 (each addtl. 50 sheets)	x \$250 =	\$0.00
<input type="checkbox"/> MULTIPLE DEPENDENT CLAIMS				+ \$360 =		\$0.00
				TOTAL OF ABOVE CALCULATIONS		\$0.00
<input type="checkbox"/> Reduction by 50% for filing by Small Entity						\$0.00
					TOTAL	\$0.00

A check in the amount of \$0.00 is attached.

Credit card payment form is attached to cover the fees in the amount of \$0.00

Please charge any additional Fees for the papers being filed herewith and for which no check or credit card payment is enclosed herewith, or credit any overpayment to deposit Account No. 15-0030. A duplicate copy of this sheet is enclosed.

If these papers are not considered timely filed by the Patent and Trademark Office, then a petition is hereby made under 37 C.F.R. §1.136, and any additional fees required under 37 C.F.R. §1.136 for any necessary extension of time may be charged to Deposit Account No. 15-0030. A duplicate copy of this sheet is enclosed.

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

---

C. Irvin McClelland  
Registration No. 21,124

Customer Number

22850

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 05/03)

Surinder Sachar  
Registration No. 34,423

DOCKET NO: 290840US3PCT

IN THE UNITED STATES PATENT & TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF :  
KOUKI IKARASHI, ET AL. : ATTN: APPLICATION DIVISION  
SERIAL NO: NEW U.S. PCT APPLICATION :  
(BASED ON PCT/JP04/17023)  
FILED: HEREWITH :  
FOR: METAL VAPORIZING HEATING :  
ELEMENT AND METAL  
VAPORIZING METHOD

PRELIMINARY AMENDMENT

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

Prior to a first examination on the merits, please amend the above-identified application as follows:

**Amendments to the Specification** begin on page 2 of this paper.

**Amendments to the Claims** are reflected in the listing of claims which begins on page 4 of this paper.

**Remarks/Arguments** begin on page 7 of this paper.

IN THE SPECIFICATION

Please cancel the original Abstract at page 31, lines 1-20 in its entirety and insert  
therefor the following replacement Abstract on a separate sheet as follows:

## ABSTRACT

A metal evaporation heating element including one or more grooves in a direction not in parallel with a current direction, on an upper surface of a ceramic sintered body including titanium diboride (TiB<sub>2</sub>) and/or zirconium diboride (ZrB<sub>2</sub>), and boron nitride (BN). Preferably the direction not in parallel with the current collection is from 20 to 160°C to the current direction, the ceramic sintered body has a cavity and the groove is formed on the bottom surface thereof, and a predetermined pattern is drawn by a plurality of grooves on the upper surface of the ceramic sintered body and/or on the upper surface of the cavity. In addition, a method for evaporating a metal uses the metal evaporation heating element and heats a metal in vacuum in a state in which a part or the whole of the groove is in contact with the metal.

IN THE CLAIMS

Please amend the claims as follows:

Claim 1 (Currently Amended): A metal evaporation heating element ~~characterized by having comprising:~~

one or more grooves in a direction not in parallel with a current direction, on an upper surface of a ceramic sintered body comprising titanium diboride (TiB<sub>2</sub>) and/or zirconium diboride (ZrB<sub>2</sub>), and boron nitride (BN), wherein the groove has a width of from 0.1 to 1.5 mm, a depth of from 0.03 to 1 mm and a length of at least 1 mm.

Claim 2 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to Claim 1, ~~characterized by having further comprising~~ at least two grooves with a distance of at most 2 mm.

Claim 3 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to Claim 1, ~~wherein or 2, characterized in that~~ the number of grooves is at least 10.

Claim 4 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to ~~any one of Claims 1 to 3, characterized in that~~ Claim 1, wherein the direction not in parallel with the current direction makes an angle of from 20 to 160° with the current direction.

Claim 5 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to Claim 4, ~~characterized in that~~ wherein the grooves are crossed so as to form at least one intersection.

Claim 6 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to ~~any one of Claims 1 to 5, characterized in that~~ Claim 1, wherein the ceramic sintered body has a cavity, and the groove is formed on the bottom surface of the cavity and/or on the upper surface of the ceramic sintered body.

Claim 7 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to ~~any one of Claims 1 to 6, characterized in that~~ Claim 1, wherein a pattern is drawn by a plurality of grooves on the bottom surface of the cavity and/or on the upper surface of the ceramic sintered body.

Claim 8 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to Claim 7, ~~characterized in that~~ wherein the area ratio occupied by the pattern is at least 30% to the bottom surface area of the cavity with respect to one having a cavity, or to the upper surface area of the ceramic sintered body with respect to one having no cavity.

Claim 9 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to Claim 8, ~~characterized in that~~ wherein the area ratio occupied by the pattern is at least 50%.

Claim 10 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to Claim 8, ~~characterized in that~~ wherein the area ratio occupied by the pattern is at least 80%.

Claim 11 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to ~~any one of Claims 1 to 10, characterized in that~~ Claim 1, wherein in one groove, or between different grooves, a significant difference is provided in the depth of the groove.

Claim 12 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to Claim 11, ~~characterized in that~~ wherein the significant difference in the depth of the groove is at least 10%.

Claim 13 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to Claim 11, wherein ~~or 12, characterized in that~~ among a plurality of grooves, the groove having the deepest portion is provided at a center portion in the longitudinal direction of the ceramic sintered body or in the vicinity thereof.

Claim 14 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to ~~any one of Claims 11 to 13, characterized in that~~ Claim 11, wherein among the plurality of grooves, the groove having the shallowest portion is provided at one end or each end in the longitudinal direction of the ceramic sintered body.

Claim 15 (Currently Amended): The metal evaporation heating element according to ~~any one of Claims 11 to 14, characterized in that~~ Claim 11, wherein {(depth of the deepest portion of the groove) – (depth of the shallowest portion of the groove)} is at least 0.005 mm.

Claim 16 (Currently Amended): A method for evaporating a metal, ~~characterized by~~ using the metal evaporation heating element as defined in ~~any one of Claims 1 to 15~~ Claim 1 and heating a metal in vacuum in a state where the metal is in contact with part or all of the groove.

REMARKS/ARGUMENTS

Favorable consideration of this application, as presently amended, is respectfully requested.

By the present Preliminary Amendment a new Abstract believed to be in more proper format under United States practice is submitted.

Further, the claims are amended without prejudice to make minor clarifications and to no longer recite any multiple dependencies. The claim amendments are not believed to narrow the claims in any aspect.

The present application is believed to be in condition for a full and thorough examination on the merits. An early and favorable consideration of the present application is hereby respectfully requested.

Respectfully submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

Customer Number  
22850

Tel: (703) 413-3000  
Fax: (703) 413 -2220  
(OSMMN 06/04)

*Surinder Sachar*  
\_\_\_\_\_  
Gregory J. Maier  
Attorney of Record  
Registration No. 25,599  
Surinder Sachar  
Registration No. 34,423

GJM:SNS\la  
I:\ATTY\SNS\290840US-PR.DOC

## EXHIBIT B

## Electronic Acknowledgement Receipt

<b>EFS ID:</b>	3721303
<b>Application Number:</b>	10579717
<b>International Application Number:</b>	
<b>Confirmation Number:</b>	3496
<b>Title of Invention:</b>	Metal Evaporation Heating Element and Method for Evaporating Metal
<b>First Named Inventor/Applicant Name:</b>	Kouki Ikarashi
<b>Customer Number:</b>	22850
<b>Filer:</b>	Marvin Jay Spivak/Tirhas Gessesse
<b>Filer Authorized By:</b>	Marvin Jay Spivak
<b>Attorney Docket Number:</b>	290840US3PCT
<b>Receipt Date:</b>	04-AUG-2008
<b>Filing Date:</b>	11-JUN-2008
<b>Time Stamp:</b>	10:07:46
<b>Application Type:</b>	U.S. National Stage under 35 USC 371

### Payment information:

Submitted with Payment	no
------------------------	----

### File Listing:

Document Number	Document Description	File Name	File Size(Bytes) /Message Digest	Multi Part/.zip	Pages (if appl.)
1		290840USReqforcorrectednoticeofacceptance.pdf	103962 7d8c5e146b79ca356ca96fee8624db3 2b7f5de8	yes	4

Multipart Description/PDF files in .zip description			
	Document Description	Start	End
	Request for Corrected Filing Receipt	1	1
	Request for Corrected Filing Receipt	2	3
	Request for Corrected Filing Receipt	4	4

**Warnings:**

**Information:**

Total Files Size (in bytes):	103962
------------------------------	--------

**This Acknowledgement Receipt evidences receipt on the noted date by the USPTO of the indicated documents, characterized by the applicant, and including page counts, where applicable. It serves as evidence of receipt similar to a Post Card, as described in MPEP 503.**

**New Applications Under 35 U.S.C. 111**

If a new application is being filed and the application includes the necessary components for a filing date (see 37 CFR 1.53(b)-(d) and MPEP 506), a Filing Receipt (37 CFR 1.54) will be issued in due course and the date shown on this Acknowledgement Receipt will establish the filing date of the application.

**National Stage of an International Application under 35 U.S.C. 371**

If a timely submission to enter the national stage of an international application is compliant with the conditions of 35 U.S.C. 371 and other applicable requirements a Form PCT/DO/EO/903 indicating acceptance of the application as a national stage submission under 35 U.S.C. 371 will be issued in addition to the Filing Receipt, in due course.

**New International Application Filed with the USPTO as a Receiving Office**

If a new international application is being filed and the international application includes the necessary components for an international filing date (see PCT Article 11 and MPEP 1810), a Notification of the International Application Number and of the International Filing Date (Form PCT/RO/105) will be issued in due course, subject to prescriptions concerning national security, and the date shown on this Acknowledgement Receipt will establish the international filing date of the application.

Docket No: 290840US6PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION: Kouki IKARASHI, et al.

SERIAL NUMBER: 10/579,717

FILED: May 17, 2006

FOR: METAL VAPORIZING HEATING ELEMENT AND METAL VAPORIZING  
METHOD

**REQUEST FOR CORRECTED NOTICE OF ACCEPTANCE**

Commissioner for Patents  
Mail Stop PCT  
Alexandria, Virginia 22313

The U.S. PCT Receiving Branch is requested to provide a corrected Notification of Acceptance under 35 USC 371 for the following reasons:

The Date of Receipt of 35 U.S.C. 371(c)(1), (c)(2) and (c)(4) Requirements is incorrect.  
AND

The Date of Receipt of all 35 U.S.C. 371 requirements is incorrect.

Applicant believes that the correct date is May 17, 2006, the date of the filing the executed Declaration. A copy of the Electronic Acknowledgment Receipt is attached.

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Gregory J. Maier  
Attorney for Applicant  
Reg. No. 25,599  
Surinder Sachar  
Reg. No. 34,423

**CUSTOMER NUMBER**  
**22850**

TEL: (703) 413-3000



## UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

UNITED STATES DEPARTMENT OF COMMERCE  
United States Patent and Trademark Office  
Address: COMMISSIONER FOR PATENTS  
P.O. Box 1450  
Alexandria, Virginia 22313-1450  
www.uspto.gov

U.S. APPLICATION NUMBER NO.	FIRST NAMED APPLICANT	ATTY. DOCKET NO.
10/579,717 22850 OBLON, SPIVAK, MCCLELLAND MAIER & NEUSTADT, P.C. 1940 DUKE STREET ALEXANDRIA, VA 22314	Kouki Ikarashi	290840US3PCT
		INTERNATIONAL APPLICATION NO.
		PCT/JP2004/017023
I.A. FILING DATE		PRIORITY DATE
11/16/2004		11/20/2003

CONFIRMATION NO. 3496  
371 ACCEPTANCE LETTER



OC000000030667988

Date Mailed: 07/02/2008

### NOTICE OF ACCEPTANCE OF APPLICATION UNDER 35 U.S.C 371 AND 37 CFR 1.495

The applicant is hereby advised that the United States Patent and Trademark Office in its capacity as a Designated / Elected Office (37 CFR 1.495), has determined that the above identified international application has met the requirements of 35 U.S.C. 371, and is ACCEPTED for national patentability examination in the United States Patent and Trademark Office.

The United States Application Number assigned to the application is shown above and the relevant dates are:

06/11/2008	06/11/2008
DATE OF RECEIPT OF 35 U.S.C. 371(c)(1), (c)(2) and (c)(4) REQUIREMENTS	DATE OF COMPLETION OF ALL 35 U.S.C. 371 REQUIREMENTS

A Filing Receipt (PTO-103X) will be issued for the present application in due course. **THE DATE APPEARING ON THE FILING RECEIPT AS THE " FILING DATE" IS THE DATE ON WHICH THE LAST OF THE 35 U.S.C. 371 (c)(1), (c)(2) and (c)(4) REQUIREMENTS HAS BEEN RECEIVED IN THE OFFICE. THIS DATE IS SHOWN ABOVE.** The filing date of the above identified application is the international filing date of the international application (Article 11(3) and 35 U.S.C. 363). Once the Filing Receipt has been received, send all correspondence to the Group Art Unit designated thereon.

The following items have been received:

- Copy of the International Application filed on 05/17/2006
- English Translation of the IA filed on 06/11/2008
- Copy of the International Search Report filed on 05/17/2006
- Oath or Declaration filed on 06/11/2008
- Request for Immediate Examination filed on 05/17/2006
- U.S. Basic National Fees filed on 05/17/2006
- Priority Documents filed on 05/17/2006
- Power of Attorney filed on 06/11/2008
- Specification filed on 06/11/2008
- Claims filed on 06/11/2008
- Abstracts filed on 06/11/2008
- Drawings filed on 06/11/2008

Applicant is reminded that any communications to the United States Patent and Trademark Office must be mailed to the address given in the heading and include the U.S. application no. shown above (37 CFR 1.5)

LAMONT M HUNTER

---

Telephone: (703) 308-9140 EXT 201

Due Date May 20, 2006

By CIM/dty/FF

OSMM&N File No. 290840US3PCT

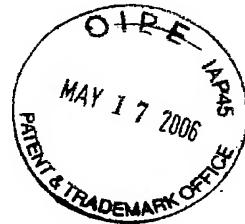
Serial No. New U.S. PCT Application based on PCT/JP04/17023

In the matter of the Application of Kouki IKARASHI, et al.

For METAL VAPORIZING HEATING ELEMENT AND METAL VAPORIZING METHOD

The following has been received in the U.S. Patent Office on the date stamped hereon:

- 31 pgs. Specification 16 Claims (English Translation)
- Declaration (3 pages)
- Application Data Sheet (3 pages)
- Notice of Priority
- Dep. Acct. Order Form
- Credit Card Payment Form for \$900.00
- Drawings (4 sheets)
- PCT Transmittal Letter
- Preliminary Amendment
- PCT/IB/304
- PCT/IB/308
- Information Disclosure Statement
- PTO-1449
- Cited References (8 )
- Statement of Relevancy
- International Search Report
- Case Specific Power of Attorney (with attached copy of Assignment)



SERIAL NO. \_\_\_\_\_

DATE RECEIVED \_\_\_\_\_

## EXHIBIT C

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Kouki IKARASHI, et al.

SERIAL NO: New U.S. PCT Application Based on PCT/JP04/17023

GAU:

FILED: Herewith

EXAMINER:

FOR: METAL VAPORIZING HEATING ELEMENT AND METAL VAPORIZING METHOD

**INFORMATION DISCLOSURE STATEMENT UNDER 37 CFR 1.97**

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

Applicant(s) wish to disclose the following information.

**REFERENCES**

- The applicant(s) wish to make of record the references listed on the attached form PTO-1449. Copies of the listed references are attached, where required, as are either statements of relevancy or any readily available English translations of pertinent portions of any non-English language references.
- A check or credit card payment form is attached in the amount required under 37 CFR §1.17(p).

**RELATED CASES**

- Attached is a list of applicant's pending application(s), published application(s) or issued patent(s) which may be related to the present application. In accordance with the waiver of 37 CFR 1.98 dated September 21, 2004, copies of the cited pending applications are not provided. Cited published and/or issued patents, if any, are listed on the attached PTO form 1449.
- A check or credit card payment form is attached in the amount required under 37 CFR §1.17(p).

**CERTIFICATION**

- Each item of information contained in this information disclosure statement was first cited in any communication from a foreign patent office in a counterpart foreign application not more than three months prior to the filing of this statement.
- No item of information contained in this information disclosure statement was cited in a communication from a foreign patent office in a counterpart foreign application or, to the knowledge of the undersigned, having made reasonable inquiry, was known to any individual designated in 37 CFR §1.56(c) more than three months prior to the filing of this statement.

**DEPOSIT ACCOUNT**

- Please charge any additional fees for the papers being filed herewith and for which no check or credit card payment is enclosed herewith, or credit any overpayment to deposit account number 15-0030. A duplicate copy of this sheet is enclosed.

Respectfully submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

Customer Number

22850

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 05/03)

C. Irvin McClelland  
Registration No. 21,124

Surinder Sachar  
Registration No. 34,423

Linked to OPTMS	
5/18/00	CASE ID

Form PTO 1449 (Modified)		U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE PATENT AND TRADEMARK OFFICE		ATTY DOCKET NO. 290840US3PCT		SERIAL NO. New U.S. PCT Application Based on PCT/JP04/17023	
LIST OF REFERENCES CITED BY APPLICANT				APPLICANT Kouki IKARASHI, et al.			
				FILING DATE Herewith		GROUP	
<b>U.S. PATENT DOCUMENTS</b>							
EXAMINER INITIAL		DOCUMENT NUMBER	DATE	NAME	CLASS	SUB CLASS	FILING DATE IF APPROPRIATE
	AA						
	AB						
	AC						
	AD						
	AE						
	AF						
	AG						
	AH						
	AI						
	AJ						
	AK						
	AL						
	AM						
	AN						
<b>FOREIGN PATENT DOCUMENTS</b>							
		DOCUMENT NUMBER	DATE	COUNTRY	TRANSLATION		
					YES	NO	
	AO	50-161505	12/27/75	JP			NO
	AP	002762/1972	01/29/72	JP			NO
	AQ	60-86270	05/15/85	JP			NO
	AR	2002-097565	04/02/02	JP			NO
	AS	6-298566	10/25/94	JP			NO
	AT	51-18942	02/14/76	JP (equivalent of JP53-20256)			NO
	AU	2000-93788	04/04/00	JP			NO
	AV						
<b>OTHER REFERENCES (Including Author, Title, Date, Pertinent Pages, etc.)</b>							
	AW						
	AX						
	AY						
	AZ					<input type="checkbox"/> Additional References sheet(s) attached	
Examiner		Date Considered					
<small>*Examiner: Initial if reference is considered, whether or not citation is in conformance with MPEP 609; Draw line through citation if not in conformance and not considered. Include copy of this form with next communication to applicant.</small>							

LAW OFFICES OF GPTM	
5/8/00	
DATE	CASE ID

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2004/017023

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
Int.Cl<sup>7</sup> C23C14/24, H05B3/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C23C14/00-14/58, H05B3/14

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI/L: C23C14/24, evaporator, boat, cavity

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 50-161505 A (Shigeru KURIHARA), 27 December, 1975 (27.12.75), Claims; Fig. 3 (Family: none)	1-16
A	Microfilm of the specification and drawings annexed to the request of Japanese Utility Model Application No. 041459/1968 (Laid-open No. 002762/1972) (Toray Industries, Inc.), 29 January, 1972 (29.01.72), Claims; Fig. 1 (Family: none)	1-16

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	
"A"	document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E"	earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L"	document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O"	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P"	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T"	later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&"	document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
14 February, 2005 (14.02.05)

Date of mailing of the international search report  
01 March, 2005 (01.03.05)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/017023

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 60-086270 A (Denki Kagaku Kogyo Kabushiki Kaisha), 15 May, 1985 (15.05.85), Claims (Family: none)	1-16
A	JP 2002-097565 A (Dainippon Printing Co., Ltd.), 02 April, 2002 (02.04.02), Claims; Figs 1, 2 (Family: none)	1-16
A	JP 06-298566 A (Denki Kagaku Kogyo Kabushiki Kaisha), 25 October, 1994 (25.10.94), Full text (Family: none)	1-16

New U.S. PCT Application Based on PCT/JP04/17023  
Kouki IKARASHI, et al.  
Docket No. 290840 US

STATEMENT OF RELEVANCY

- 1) References AO - AS have been cited in the International Search Report. A copy of these references is being submitted herewith.
- 2) References [REDACTED] have been cited in the corresponding [REDACTED] Search Report. A copy of these references is being submitted herewith.
- 3) References AT - AU are discussed in the specification. A copy of these references is being submitted herewith.
- 4) References [REDACTED] are additional prior art known to Applicant. A copy of these references is being submitted herewith.

Linked to OPTMS	
5/18/06	DATE
CASE ID	

Due Date May 20, 2006

OSMM&N File No. 290840US3PCT

By CIM/dty/FF

Serial No. New U.S. PCT Application based on PCT/JP04/17023

In the matter of the Application of Kouki IKARASHI, et al.

For METAL VAPORIZING HEATING ELEMENT AND METAL VAPORIZING METHOD

The following has been received in the U.S. Patent Office on the date stamped hereon:

- 31 pgs. Specification 16 Claims (English Translation)
- Declaration (3 pages)
- Application Data Sheet (3 pages)
- Notice of Priority
- Dep. Acct. Order Form
- Credit Card Payment Form for \$900.00
- Drawings (4 sheets)
- PCT Transmittal Letter
- Preliminary Amendment
- PCT/IB/304  PCT/IB/308
- Information Disclosure Statement  PTO-1449
- Cited References (8)  Statement of Relevancy
- International Search Report
- Case Specific Power of Attorney (with attached copy of Assignment)



Linked to

5/18/06

SERIAL NO. \_\_\_\_\_

DATE RECEIVED \_\_\_\_\_



## 特許願

昭和49年6月22日

特許長官殿

## 1. 発明の名称

シンクタクヨウザクヨウトウチベイ  
真空蒸着用導電性セラミックス質ポート

## 2. 発明者

東京都北区赤羽3-22-6  
杉山和也

## 3. 特許出願人

東京都保谷市東町1-5-6  
栗原茂(ほか1名)

## 4. 代理人

住所 東京都千代田区有楽町1丁目4番地 小谷ビル  
TEL (591) 8781-3613  
(680) 6812

氏名 (6190) 弁理士 斎藤義雄

## 5. 添付書類の目録

(1) 明細書	1通
(2) 図面	1通
(3) 要旨副本	1通
(4) 委任状	2通

外文  
摘要

49-071069



## 明細書

1. 発明の名称 真空蒸着用導電性セラミックス質ポート

## 2. 特許請求の範囲

導電性セラミックス質ポート本体の表面には、溶融金属の濡れ面積を増大させ且つ溶融金属に流れる電流の流れの面距離を大とするよう複数の凹条および凸条を該ポート本体の長手方向に交差させて交互に設けたことを特徴とする真空蒸着用導電性セラミックス質ポート。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は高融点の金属、合金等を抵抗加熱による熱源により蒸発させ、これを所定物体の表面に真空蒸着させる導電性セラミックス質ポートに関するものである。

従来真空蒸着用の加熱体としては、タンクステン、モリブデン、タンタル等の高融点金属で作られたポートやコイルが使用されているが、これらの金属は使用中に蒸着材と合金化してし

## ⑯ 日本国特許庁

## 公開特許公報

⑪特開昭 50-161505

⑬公開日 昭50.(1975)12.27

⑭特願昭 49-71069

⑮出願日 昭49.(1974)6.21

審査請求 未請求 (全4頁)

## 序内整理番号

7059 41  
7128 42  
7128 42

## ⑯日本分類

20(3)A19  
13(2)D61  
12 A25

⑮Int.CI<sup>2</sup>

C23C 13/12  
C23C 13/02

まい数回の使用にしか耐えることができず、又当該ポートやコイルから蒸着膜の組成上好ましくない不純物も蒸発してしまう欠点があつた。

そこでこれらの欠点を解消するため最近はTiN、TiB<sub>2</sub>等の導電性セラミックスをAlN、BN等と共に焼結した導電性セラミックス質のポートが実用化されつゝあるが、その形状は第1図の例に示す通りポート本体aの中央上面に、蒸着材を溶融させる溶融凹所bを形成しただけのものであるため、その端部c、c'に定電圧の電源eを接続した際、同凹所b内の蒸着材である金属が溶融するまでは両端の(c)の如き電気回路(ここでc、c'は端部c、c'のクランプ接触抵抗、c'は溶融凹所bの下部b'における抵抗を示す)であるが当該金属が下部b'の抵抗加熱によって高せられて溶融すると同時に、溶融金属dに電流が流れ、この結果ポート本体aと溶融金属d(電気抵抗c')との間に第2図の如きc、c'が並列となつた等価回路が形成されることとなる。このためそれまでの電流の2倍近い電流

が流れるので、従来のタンクステンコイル等と比較すると同量の金属を蒸発させるために6~10倍の巨大な容量の電源を必要とする欠点がある。そして更に上記のように溶融金属 $A_2$ に電流が流れ下部 $b'$ の電流は低減するので、このまゝ通電を続けると同部 $b'$ の温度が低下し比抵抗が下るので電流は再び下部 $b'$ を流れるようになり、これの繰返しにより蒸着材の蒸発が行われることとなる。このため合金等の如く速い蒸発速度が要求される蒸着材の場合には所定の蒸発速度が得難く、満足すべき速度を得ようとすれば今までよりも高い電圧を印加してポート温度を上昇させなければならず、そのため蒸発の進行により溶融した蒸着材が減少して蒸発終了の直前になると高い電圧であるからポート本体 $a$ の温度が異常に上昇してしまい同本体 $a$ の耐久性を損うと共に大電流を要するといった難点もある。

更に又一般的のポート型ヒータの熱効率が悪い理由として、溶融金属 $A_2$ に漏れない下部 $b'$ の下面 $b''$ から熱が輻射されて損失となる点が知られ

(2)、底面部(3)、正面部(4)、背面部(5)を有する導電性セラミックス質のポート本体である。而して第3図(1)の実施例では該ポート本体(1)の上面部(2)の表面に、長手方向に直交状態に交差する多数の凹条(6)と凸条(7)を交互に形成し、又第4図(1)の実施例では、この上面部(2)に加え、正面部(4)と背面部(5)との各表面に前記凹条(6)および凸条(7)を形成し、更に第5図の実施例では上面部(2)、正面部(4)、背面部(5)に加え、底面部(3)にも前記凹条(6)および凸条(7)を形成してある。

上記の構成からなる本発明は、ポート本体(1)の凸条(7)の上に $A_2$ を置いて通電加熱すると、先ず $A_2$ が溶融し始め、この加熱に伴い該溶融物が各凸条(7)間の凹条(6)内に流下されると共に溶融する $A_2$ の表面張力が次第に低下して凹条(6)内を塗り切るまでにポート本体(1)の表面を進んで行く。この範囲においては各凹条(6)内に流れ込んだ溶融蒸着材間に各々凸条が介在されるので、ポート温度が充分に上昇するまで、該溶融蒸着材間に電流が流れず、従つて無駄な電力消費がないと共に、凹条および凸条による表面積の増大により大きな漏れ面積が確保でき、これによりポートから蒸着材への熱供給が速くなつて金属蒸着が著しく促進される。又このように蒸発が促進された場合には、該蒸発により凹条間の蒸着材が連結

特開 昭50-161505(2)  
ており、特に導電性セラミックス質によるポートの場合には通常5~6位の厚さが構造上必要とされるため、厚さが0.1~0.5=位の薄い金属膜ポートに比し、厚さの大なる分だけ表面積が増大し、それが2~4倍位にまで達するので一層蒸発損失が大きくなるなどの欠点があつた。

又一般的には、比抵抗を増加するためにBNの添加量を増した場合、BNと溶融 $A_2$ が熱間反応し、 $AlN$ と $AlB_2$ が凹所のあるポート表面に生成されて溶融 $A_2$ に漏れ易く、且つ耐久性のある膜が得られる反面、BNの添加量が過大になるし、前記の漏れが過度になり、 $A_2$ がポート凹所内に留まることなく漏出する欠点があつた。

本発明は溶融 $A_2$ の漏れ面積を許容し得るようポート表面の形状を改良し、これによりBNの增量添加に伴う漏れ特性を有効に活かし、上記従来例の大きな問題点である熱の電力多量消費を解消したもので、以下その構成を第3図乃至第5図の実施例図に就いて説明する。

同図において、(1)は、その長手方向に上面部

4

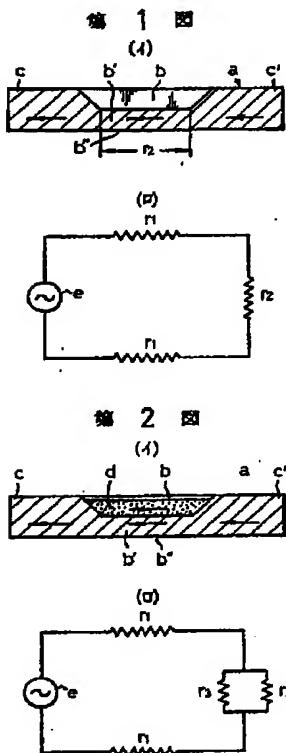
従い、該 $A_2$ は凹条(6)内から凸条(7)をオーバーフローして各凹条(6)内にあつた $A_2$ を互いに連結し、急激に電流流量を増加するのであるが、この際にも当該電流流路は直線状でなく凹条(6)、凸条(7)により蛇行状となり、可成りの長さをもつたことになるため、該溶融状態の $A_2$ による等価抵抗は従来のものに比し、相当大きなものとなる。

上述のように本発明はポート本体の表面に複数の凹条および凸条を該ポート本体の長手方向に交差させて設けたがら、蒸着材の溶融状態においては各凹条内に流れ込んだ溶融蒸着材間に各々凸条が介在されるので、ポート温度が充分に上昇するまで、該溶融蒸着材間に電流が流れず、従つて無駄な電力消費がないと共に、凹条および凸条による表面積の増大により大きな漏れ面積が確保でき、これによりポートから蒸着材への熱供給が速くなつて金属蒸着が著しく促進される。又このように蒸発が促進された場合には、該蒸発により凹条間の蒸着材が連結

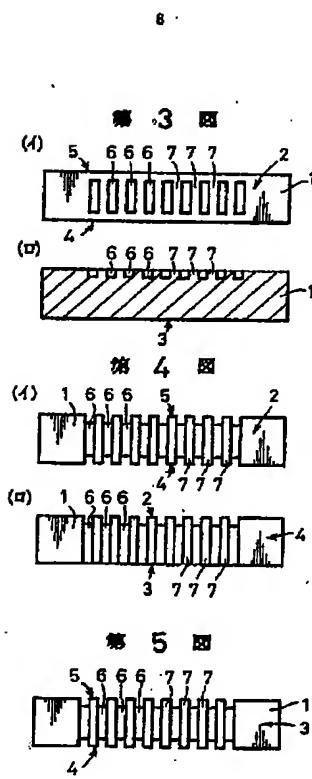
される電流通過時において、蒸発材量がすでに減少状態になるとと、凹条および凸条による蛇行状態によつてポート長手方向の表面長さが増大されて溶融蒸着材に流れる電流路が延長されることにより、この際の等価抵抗を従来のものに比し、可成り大きくでき、しかも凹条および凸条をポートの一面だけではなく他の面にも設けることにより、前述の各効果を更に高めることもできる。又前記のようにポートから蒸着材への熱供給が急速に行なわれる所以、輻射損失が少なく、しかも各凸条は相互に平行対面しているので輻射熱が相互反射し、この点においても熱損失の減少が計れる等の効果を有し、以上の得られた各効果の総合により電力消費量を大きく節減できると共に良好な蒸着状態を得ることが可能となる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図(1)は従来の抵抗加熱器を示す蒸着材非溶融状態の絶縁面図、同図(2)はその等価回路図  
第2図(1)は同溶融状態の従来正面図、第3図(1)



特開 昭50-161505(3)  
(1)は、本発明の第1実施例を示すポートの上面図と同横断正面図、第4図(1)は同上の第2実施例を示すポートの上面図と正面図、第5図は同上の第3実施例を示すポートの底面図である。  
(1) ..... ポート本体、(2) ..... 上面部、  
(3) ..... 底面部、(4) ..... 正面部、  
(5) ..... 背面部、(6) ..... 凹条、  
(7) ..... 凸条。



6 前記以外の特許出願人

特開昭50-161505 (4)

東京都北区赤羽3-22-6

杉山和也

⑥Int.Cl.  
C 23 c  
C 03 b  
G 01 n  
B 01 l  
F 27 b

⑦日本分類  
13(7) D 61  
10 A 542  
113 B 32  
21 A 321  
12 A 25  
20(3) A 192

日本国特許庁

⑧実用新案出願公告

昭47-2762

## ⑨実用新案公報

⑩公告 昭和47年(1972)1月29日

(全3頁)

1

### ⑪水冷ルツボ

⑫実願 昭43-41459  
⑬出願 昭43(1968)5月20日  
⑭考案者 浅水孝雄  
大津市北大路1の5の28  
同 足立卓雄  
大津市園山2の4の25の2  
同 森田豊  
大津市御殿浜15の3  
同 北川力男  
大津市田上羽栗町465  
⑮出願人 東レ株式会社  
東京都中央区日本橋室町2の2  
代理人 弁理士 中松潤之助 外3名

### 図面の簡単な説明

第1図は本考案で採用した水冷ルツボの溝模様の例、第2図および第3図はルツボの平面図および側面図をそれぞれ示す。

### 考案の詳細な説明

本考案は、金属を溶解および蒸発する際の熱効率を向上させることを目的とした改良水冷ルツボに関するものである。

冶金および蒸着において金属を加熱溶解する方法には、大きくわけてルツボを加熱してから金属を加熱する間接加熱法と、溶解すべき金属を直接加熱する直接加熱法がある。後者の加熱源には誘導線輪や電子銃がある。前者のルツボは常に試料よりも温度が高い必要があり、耐熱性のすぐれた金属酸化物( $\text{BeO}$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{ThO}_2$ など)や黒鉛が用いられているが、高温の金属は非常に反応性に富んでいるため、ルツボが容易に腐蝕し、数時間で消耗する。また使用温度も2000°C以下に限定されるため、蒸着可能な金属も少ない。

高融点の金属や酸化物を溶解、蒸着するためにはルツボが溶解したり反応したりしないようにするため冷却することが考えられ、水冷銅ルツボ

2

が使用されるようになつた。このルツボが使用できるのは直接加熱法だけである。

市販されている電子ビーム蒸着装置のルツボはすべて水冷銅ルツボである。水冷銅ルツボでは、5 タングステンでも蒸着することができるが、水冷しているために従来のルツボに比べて熱効率が非常に悪い。このため、蒸着作業性が低下し、蒸着源の容量を必要以上に大きくしなければならず、経済的にきわめて不利である。誘導加熱や電子ビーム加熱用の電源は高周波や特別高圧直流に加工してあるため、特に容量が大きくなると設備費が急増する。

水冷銅ルツボの熱効率向上方法としては、従来ルツボの内面に熱絶縁物(ジルコニア、トリヤ、アルミナ、etc)をコーティングして行なわれたしかし、コーティングされた熱絶縁材料は、高温の試料と反応するため、たびたびコーティングしなければならない。またコーティング材と反応した試料は純度が低下する。コーティング材の耐熱温度より高い温度に試料を加熱できないなどの欠点を有するため、水冷銅ルツボの長所が激減する。

本考案は水冷銅ルツボの長所を減じないで熱効率を向上することができる水冷ルツボを提供することを目的とする。

25 本考案では、ルツボの内面を凹凸にすることによつて溶解金属との接触面積を小さくし、熱伝導によつてルツボへ逃げる熱を減少して熱効率を向上させる。凹凸の形状には第1図a~fおよびサンドblastによるエッティングなど種々考えられるが、次のことを考慮しなければならない。すなわち凸の部分は高温の金属と接するため、接触部分の熱の拡散が良好な形状でなければならない。熱の拡散が悪いと接触部分の温度が上昇し溶融試料と反応したり熱によつて溶けたりして凹凸が悪くなることがある。また凸部の温度が高いと溶融試料が凹部の中に入り込んでくるため、ルツボとの接触面積が増大し熱効率が低下する。凸部の間隔が広すぎると試料が凹部の中に入り込むため、冷却面積が大きくなり熱効率が低下する。せま

ぎると凸部の面積が増し、効果が薄れる。凸部の間隔は試料の表面張力と重量によつて定まり、表面張力の大きい試料ほど間隔を大きくすることができる。その間隔は0.1~2.0mmがよい。  
凹部の深さは凸部の冷却効果から考えて、浅いほど好ましいが、試料と接しない程度に深くなればならない。深さは凸部の間隔と試料の表面張力と重量によつて定まり、凸部の間隔を広くすれば凹部は深くしなければならない。その深さは0.1~5.0mmがよい。接触面積を最小にするには、線および点接触がよいが、試料をさへるためには点では無理である。

以上の点を考慮して、もつとも適した形は、第1図のcであるが、他のa~fまでの形状でも効果がある。材質は一般に銅が使用されるが、他の金属でもかまわない。

水冷銅ルツボは高融点の物質が高純度で溶解、蒸着できるが、熱効率が非常に悪いため、作業能率が悪く、さらに特殊電源を要する加熱源が大形になり、不経済である。しかし、本考案によつて熱効率が向上し、経済的となつた。本考案による水冷銅ルツボは電子銃による電子ビーム加熱真空蒸着装置のルツボとして使用するときわめて効果的である。

本考案の凹凸による方法では、単にルツボの表面形状をかえるだけであるから、試料への不純物の混入および使用温度制限がない上に寿命も長いという水冷銅ルツボの長所がそのまま、活かされて熱効率の向上が可能である。

第1図a~dの溝状をなす凹凸は、ルツボから放出ガスを容易に外部に導くため、ガス放出による金属の突沸を抑制する効果もある。

第2図および第3図に示す形状の水冷銅ルツボを作製し、電子ビーム加熱蒸着装置によつて、下記の条件で熱効率テストを行なつた。第2図において1は6mmφ銅管のルツボ冷却水回路、2はルツボの内壁で、第1図cに示したような溝が垂

直に切つてある。第3図において、3はルツボの底部である。3の凹凸には第1図eに示したような穴をほつた。穴の径は1.5mmφ、深さは0.7mmにした。2の溝の寸法は山と山の間隔1.3mm、谷の深さ0.8mmにした。

下表のテスト条件で金属を蒸発させた。

表 1

真 空 度	$5 \times 10^{-4}$ Torr
蒸発金属 (A1)	11g
電子銃供給電力	7 KW
加熱時間	10分
ルツボ冷却水 (7°C)	4 l/mm

熱効率の測定は次のようにして行なつた。

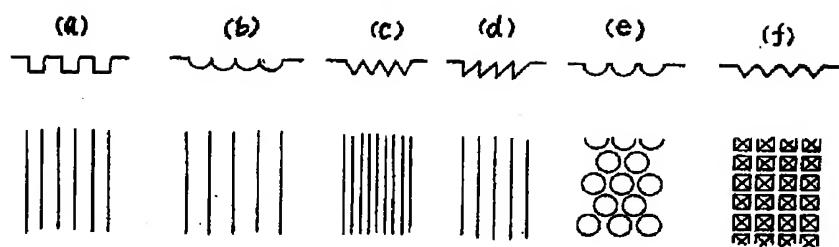
一定量の既知重量のA1をルツボに入れ、高真空中で一定時間一定の電力を入れ、A1を蒸発させた。次に重量減から減量したA1を気化するに至るまでの計算による熱量と電子銃への供給エネルギーの比率から熱効率を求めた。第2図および第3図のルツボを用いた第1図eの凹凸を底部に設けたときの熱効率は1.5%であつた。同寸法の凹凸なしのルツボを同条件でテストしたものは0.6%であり、熱効率が著しく向上した。

第2図に示すような大きさおよび形状の水冷銅ルツボで凹凸の形状は内壁2および床部3とも第1図cに示す溝とし、寸法は山の間隔1.5mm谷の深さ1.3mmとした。テスト条件は上記条件と同じで行なつた結果熱効率は2.5%に向上した。

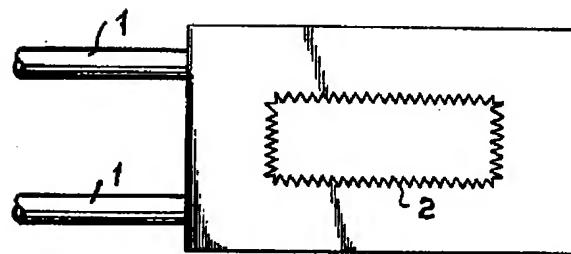
#### 実用新案登録請求の範囲

内壁または内壁と底部とに凸部の間隔を0.1~2.0mm、凹部の深さを0.1~5.0mmとした凹凸を形成したことを特徴とする金属蒸着装置用水冷ルツボ。

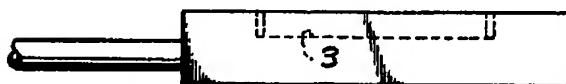
第1図



第2図



第3図



## ⑫ 公開特許公報 (A) 昭60-86270

⑬ Int.C1.4

C 23 C 14/26  
H 01 L 21/203  
21/265  
H 05 B 3/14

識別記号

序内整理番号

7537-4K  
7739-5F  
6603-5F  
7708-3K

⑭ 公開 昭和60年(1985)5月15日

審査請求 有 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 抵抗加熱器の製法

⑯ 特願 昭59-112265

⑰ 出願 昭52(1977)8月22日

⑱ 特願 昭52-100260の分割

⑲ 発明者 御子神 昭夫 町田市旭町3-5-1 電気化学工業株式会社中央研究所内

⑲ 発明者 大泉 宏 町田市旭町3-5-1 電気化学工業株式会社中央研究所内

⑲ 発明者 丹治 宏彰 町田市旭町3-5-1 電気化学工業株式会社中央研究所内

⑳ 出願人 電気化学工業株式会社 東京都千代田区有楽町1丁目4番1号

## 明細書

## 1. 発明の名称

抵抗加熱器の製法

## 2. 特許請求の範囲

チタンポライトを主成分としポロンナイトライドを含有する導電性セラミック焼結体からなる真空蒸発用抵抗加熱器の製法において、外形加工の終つた加熱器部材を表面が粗粒である回転砥石を用いて金属蒸発部を形成し、その内底面を粗粒とすることを特徴とする真空蒸発用抵抗加熱器の製法。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は導電性金属を効率よく蒸発させる導電性セラミック焼結体からなる真空蒸発用抵抗加熱器の製法に関するものである。

従来、ポート状の真空蒸発用抵抗加熱器(以下ポートといふ)は、タンクステン、モリブデン、タンタル等の高融点金属により製作したポートが用いられている。しかしこれら高融点金属は使用中に蒸着材としての溶融金属と合金化したり、又

高融点金属の結晶化等により破損するので、数回の使用しか出来なかつた。

又ポートに金属からなる蒸着材を収納し、加熱して、融液から蒸発するときに融液がポートに漏れないものであるときは蒸着材の量が少くなつてくると島状になるので均一に蒸発することができないのでポートの内底面に高融点金属纖維状部品またはポート内底面に凹凸面を形成することが提案されているがこの方法では高融点金属を用いているため蒸発状況は改善されるが、その寿命は従来のものと変らず連續使用は不可能であつた。

(実開昭50-40850号)

近年、これらの高融点金属にかわつてチタンポライト、ジルコニアムポライト、ポロンナイトライド、アルミニウムナイトライド等から選ばれた1種以上を加圧焼結した導電性セラミックポートが提案されている。これらの導電性セラミックからなるポートは耐熱性が高く、耐スポーツリング性にすぐれ、蒸着材との反応が少なくポート寿命が長いという利点がある。

しかし、これらのセラミックスは高融点金属に比べて、溶融した蒸着材との濡れが悪く、セラミックスポートと蒸着材との接触が不充分であることからポートの発熱が充分に蒸着材を加熱することができず大部分は輻射熱として放散し熱効率が悪かつた。

更に説明すると、蒸着材の金属蒸発部（以下キヤビテーという）への濡れ拡がりが悪く、溶融した蒸着材でキヤビテーの内底面の全面を濡らすことが困難で、キヤビテー底面全面を蒸発部として有効に利用できないために単位時間当たりの蒸発量は低かつた。

通常固体表面と溶融金属の濡れ性は濡れ角度 $\theta$ が用いられる。

$\cos\theta = R (r_s - r_{sL}) / r_L$  で示され、Rは荒さの因子であり、 $r_s$ 、 $r_{sL}$ 、 $r_L$ は夫々固体表面、固液界面、液体の表面張力である。

ここで、Rは見かけの表面横に対する真の表面横を示す。Rを大きくすることにより、 $\theta$ は日に近づき固体表面は、溶融金属に濡れやすくなる。

更に、表面を粗面とし表面横を増加することにより、Rを大きくできること、また粗面にすると濡れ性の悪いポロンナイトライドが除去され濡れ性が向上するという知見により本発明に到達したものである。

すなわち本発明はチタンボライドを主成分としポロンナイトライドを含有する導電性セラミックス焼結体からなる真空蒸発用抵抗加熱器の製法において、外形加工の終つた加熱器部材を表面が粗粒である回転砥石を用いて金属蒸発部を形成し、その内底面を粗面状とすることを特徴とする真空蒸着用抵抗加熱器の製法である。本発明品を蒸着金属の蒸着に使用すると、蒸着材とポートとの濡れは蒸発初期から良好で、連続又は繰返し使用可能である。

以下さらに本発明を詳しく説明する。

本発明はチタンボライドを主成分としポロンナイトライドを含有する導電性セラミックス焼結体からなるポート部材にキヤビテーとその内底面を粗面にすることを同時にを行うことを特徴とするも

のである。

その方法としては外形加工の終つたポートにキヤビテーを形成する工程で、粒度の粗いダイヤモンドを研磨面にもつ回転砥石でキヤビテーを研削加工すればキヤビテーの底面に自動的に粗面が形成される。本発明に用いられるポート部材は導電性のチタンボライドを主成分とし、濡れ性の悪いポロンナイトライドを含有するものであるが、ポロンナイトライドを含有させたものは切削加工が容易であり、導電性も所望のものが得られるが、前記した回転砥石により粒度がチタンボライドより低いポロンナイトライドが除去され濡れ性が向上する。本発明によれば加工工程を増加することなしに蒸着材に濡れやすいキヤビテーの内底面を有するポートが得られる。

本発明のポートを用いることにより蒸着材はキヤビテー底面の全面に容易に濡れ拡がり、キヤビテー底面の全面より蒸発可能となり、単位時間当たりの蒸着量を増加することができる。更に、ポートから蒸着材への熱の伝達量が多くなり、従来の

ポートより少ない能力で効率良く金属を蒸着することが可能となつた。

また、溶融した蒸着材がキヤビテーの内底面の全面に濡れ拡がり、濡れ拡がりの面積が変化しないため、ポートの抵抗変化がなくなり蒸着中の電流制御が容易である。

更に、キヤビテーの内底面の全面より蒸着金属を蒸発させることができ、低いポート温度での操業が可能となり、ポートと蒸着材との反応がなくなり、特に局部的な腐食は見られずポートの寿命が長くなるという効果もある。

次に、本発明を比較例及び実施例に従つて説明する。

#### 比較例

比抵抗が 1200  $\mu\Omega\text{-cm}$  となるように、チタンボライド 48 重量部、ポロンナイトライド 28 重量部及びアルミニウムナイトライド 24 重量部を含有導電性セラミックをホットプレス法により成形した。

この導電性セラミック成形体から 16 × 8 ×

100mmのポートを切り出し、250メッシュのダイヤモンドホイルによつて切削し、巾12mm、深さ1.5mm、長さ70mmのキャビティを形成した。

蒸着材として直径1.5mmのAl線を選び、連続供給装置を用い直接通電で加熱されたポートから連続蒸着をおこなつた。

蒸着は、電圧8.5V電流350AでおこないAlの単位時間当りの蒸発量は1.5g／分であつた。

溶融したAlは、キャビティの内底面全面には濡れ拡がらず、キャビティの片側の壁にそつて約半分に濡れ拡がつたに留まり、更に電圧を増してポート温度を高くしても濡れ拡がりは改善されなかつた。この条件で300分の蒸着を経けた後、ポートはキャビティの壁部で蒸着材と反応し、ポートは変形し、これ以上の蒸着に耐えないものとなつた。

#### 実施例

比較例と同じ導電性セラミック成形体を用い、 $16 \times 8 \times 100$ mmのポートを従来の方法で切り

出し、次いで80メッシュのダイヤモンドを研磨面に持つ凹版砥石を貼いて巾12mm、深さ1.5mm、長さ70mmのキャビティの内底面を粗面としたポートを形成した。

このポートを使用して、比較例に示す方法でAlの連続蒸着を実施した。

蒸着は電圧8.0V電流300AでおこないAlの単位時間当りの蒸発量は2.0g／分であつた。溶融したAlはキャビティ底面の全面に濡れ拡がり電圧電流の変動も見られず、概めて安定した操業が可能であつた。この条件で300分連続蒸着を実施したが、キャビティ壁部の腐食は見られなかつた。

特許出願人 氣化化学工業株式会社

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-97565

(P2002-97565A)

(43)公開日 平成14年4月2日 (2002.4.2)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>  
C 23 C 14/24

識別記号

F I  
C 23 C 14/24

テ-マコ-ト(参考)  
A 4 K 0 2 9

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願2000-285078(P2000-285078)

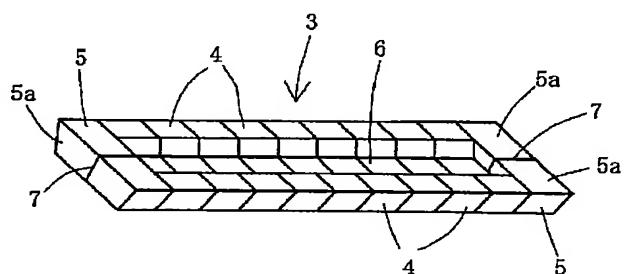
(22)出願日 平成12年9月20日 (2000.9.20)

(71)出願人 000002897  
大日本印刷株式会社  
東京都新宿区市谷加賀町一丁目1番1号  
(72)発明者 岸本 好弘  
東京都新宿区市谷加賀町一丁目1番1号  
大日本印刷株式会社内  
(74)代理人 100083839  
弁理士 石川 泰男  
Fターム(参考) 4K029 DB12

(54)【発明の名称】 真空蒸着用るつぼ

(57)【要約】

【課題】 真空蒸着用るつぼの耐久性を高める。  
【解決手段】 真空蒸着用るつぼにおいて応力が集中する箇所に予めスリット (7) を設ける。スリット (7) の介在によって応力の集中を緩和し、るつぼ (3) の劣化や割れを防止し、るつぼ (3) の耐久性を高め、寿命を延ばす。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 応力が集中する箇所に予めスリットが設けられたことを特徴とする真空蒸着用るつぼ。

【請求項2】 上記スリット内にフェルト状のカーボンが挟み込まれていることを特徴とする請求項1に記載の真空蒸着用るつぼ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、真空蒸着用るつぼに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、真空蒸着法で用いられるるつぼは、蒸発源、蒸着方法により蒸発源との反応性、保持温度、耐久性を考慮して、その材質、密度、添加物の有無等が検討される。また、このるつぼは蒸着される基材の形状等も考慮して設計され、広幅コーティング用の場合は、図2に示すように、平面視で長方形になるように形成される。

【0003】 このようになるつぼ1が長方形に構成されると、円形の場合と異なって熱および機械的圧力が均等にからなくなり、実際の蒸着工程においてるつぼ1の耐久性を律するのは、るつぼ1の材質ではなく、るつぼ端部2の脆弱性如何となる。すなわち、るつぼ1自身の熱膨張に加えて、るつぼ1の加熱、冷却に伴う蒸着源たとえば液体アルミニウムの伸縮によるるつぼ1の劣化がるつぼ端部2に起こる。るつぼ端部2が劣化すると、そこからの脱ガスのため真空度が劣化し蒸着に支障をきたす。さらに、その劣化が進行すると、るつぼ端部2に亀裂が生じる。亀裂が生じると、さらにそこから脱ガスが起こる。甚だしい場合には、その亀裂より、液体アルミニウムが流れ出すこともある。また、蒸着源である金属が液体から固体へ相変化する際の金属の牽引力は大きく、その相変化に伴うるつぼ端部2には更に亀裂が生じやすくなる。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 上記劣化や亀裂を防止するため、従来のるつぼ1を蒸着装置内にしっかりと固定せず遊び持たせて固定することにより応力を逃がしているが、それでもるつぼ1の耐久性は低く十分な寿命を確保するには至っていない。また、るつぼ1がしっかりと固定されず不安定であると、蒸発が安定性になりやすい。

【0005】 従って、本発明は、十分な蒸発安定性を保持することができ、耐久性を向上させることができるるつぼを提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 上記問題点を解決するため、請求項1に係る発明は、応力が集中する箇所に予めスリット(7)が設けられた真空蒸着用るつぼを採用する。

10

【0007】 この請求項1に係る発明によれば、スリット(7)の介在によって応力の集中を緩和し、るつぼ(3)の劣化や割れを防止することができ、従ってるつぼ(3)の耐久性を高め寿命を延ばすことができる。また、るつぼ(3)を蒸着装置内の所定位置に固定しても応力の集中を緩和することができるので、金属の蒸発の安定性も保持することができる。

【0008】 また、請求項2に係る発明は、スリット(7)内にフェルト状のカーボンが挟まれている請求項

11

1に記載の真空蒸着用るつぼを採用する。

【0009】 この請求項2に係る発明によれば、るつぼ(3)の局部同士の接触に伴うるつぼ(3)の劣化を防止することができ、また、例えば電子ビーム蒸着法による電子ビームの滞留電子を除去することができる。

## 【0010】

【発明の実施の形態】 以下、本発明の実施の形態を添付図面を参照して説明する。

【0011】 図1に示すように、このるつぼは平面視で長方形になるように形成されている。具体的には中央に凹みを有する中間片4が上記長方形の長辺方向に複数個並べられて接合され、凹みを有しない端片5が両端の中間片4、4に夫々接合されることにより、るつぼ3が形成され、るつぼ3中央部には中間片4の凹みの連なりにより蒸着源の金属が溜まる凹部6が形成される。

【0012】 上述したように、長方形のるつぼ3は円形のものに比し熱および機械的圧力が均等にからなくなり、特にるつぼ3の端部に該当する端片5の箇所が応力の集中により劣化しやすくなり、亀裂も生じやすくなる。このような応力の集中を回避するために、図1に示すように、端片5には予め一本又は複数本のスリット7がるつぼの3上下方向に伸びるように設けられている。

すなわち、端片5が上記長方形の短辺上で複数個のブロック5aに分割されており、この複数個のブロック5aが接合されることにより一枚の板状の端片5として形成され、各ブロック5a、5a間にスリット7が介在することになる。複数個のブロック5aの接合には例えば圧縮コイルスプリング(図示せず)が用いられ、この圧縮コイルスプリングで各端片5を上記長方形の短辺に沿つて両側から挟むことで複数個のブロック5aを一枚の板状の端片5として保持することができる。スリット7はガスや金属の漏れが生じない程度の微小な隙間として形成される。

【0013】 また、望ましくは、このるつぼ3の端部である端片5のスリット7内には、フェルト状のカーボン(図示せず)が挟み込まれる。フェルト状のカーボンがブロック5a、5a間に介在することにより、ブロック5a、5a同士の接触に伴う劣化の防止、および電子ビーム(EB)の滞留電子の除去(即ちアース)が行われる。また、スリット7がフェルト状のカーボンにより塞がれることにより、ガスや金属の漏れがより適正に防止

50

される。

【0014】このように、るつぼ3の端部に予めスリット7が形成されることにより、るつぼ3や金属の加熱・冷却が繰り返されたとしてもるつぼの端部への応力の集中が緩和され、るつぼ3の端部である端片5の劣化や割れが防止される。

【0015】

【実施例】次に、本発明の一実施例を説明する。

(1) アルミニウム蒸着用るつぼとして、図1に示した構造のセラミック製るつぼを作成した。セラミックはアルミナ(酸化アルミニウム)とした。アルミナの純度は65~99.99%であり、焼結させるためのシリカの他に、マグネシウム、鉄、イットリウム、ジルコニウム等およびそれらの酸化物の混入は許容した。好ましくは、92~98%の純度である。

(2) るつぼ3の比重、曲げ強度、熱膨張係数、耐熱度、熱伝導率は市販されているものと同等とした。

(3) るつぼ3の各端片5、5は夫々二つのブロック5a、5aで形成し、ブロック5a、5a間のスリット7にはフェルト状のカーボンを挟み込んだ。フェルト状のカーボンは市販のものを使用した。フェルト状のカーボンの厚みは2mm~8mmとした。

(4) 次に、るつぼ3の耐久性を試験するため、一般的な電子ビーム蒸着法により、下記の蒸着条件と蒸着工程であるつぼが使用不可となるまで即ちるつぼのどこかが割\*

	端部にひびの入ったバッチ	使用不可バッチ
実施例		45バッチ後
比較例	8バッチ後	29バッチ後

【0017】表1から明らかなように、実施例のるつぼ3は従来のるつぼ1よりも16バッチ寿命が延び、耐久性が向上することが確認された。

【0018】

【発明の効果】請求項1に係る発明によれば、応力が集中する箇所に予めスリットが設けられた真空蒸着用るつぼであるから、スリットの介在によって応力の集中を緩和し、るつぼの劣化や割れを防止することができ、従つてるつぼの耐久性を高め寿命を延ばすことができる。また、るつぼを蒸着装置内の所定位置に固定しても応力の集中を緩和することができるので、金属の蒸発の安定性も保持することができる。

\* れるまで蒸着を繰り返した。蒸着の対象である基材は東洋紡績株式会社製のグレードE5001である厚さ12μmのポリエチレンテレフタレート(PET)フィルムとし、これにコロナ処理を施し厚さ200Åの酸化アルミニウム膜を形成することとした。

【蒸着条件】

蒸着チャンバー内の真空度:  $2 \times 10^{-4}$  mbar

フィルム巻取りチャンバー内の真空度:  $2 \times 10^{-2}$  mbar

10 電子ビーム電力: 35kW

フィルムの搬送速度: 600m/分

蒸着面: コロナ処理面

【蒸着工程】

段取り時間: 30分(るつぼ冷却状態)

真空引き時間: 60分(るつぼ冷却状態)

加熱時間: 90分(るつぼ加熱状態)

蒸着時間: 60分(るつぼ加熱状態)

計: 240分

(5) 比較のために、図2に示した従来のるつぼ1を用い、上記と同様の蒸着を繰り返した。

(6) 実施例と比較例とについて表1に示すような結果が得られた。

【0016】

【表1】

※【0019】請求項2に係る発明によれば、スリット内にフェルト状のカーボンが挟まれている請求項1に記載の真空蒸着用るつぼであることから、るつぼの局部同士の接触に伴うるつぼの劣化を防止することができ、電子ビームの滞留電子を除去することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る真空蒸着用るつぼの斜視図である。

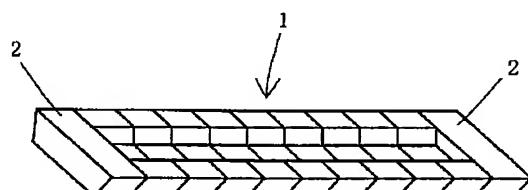
【図2】従来の真空蒸着用るつぼの斜視図である。

【符号の説明】

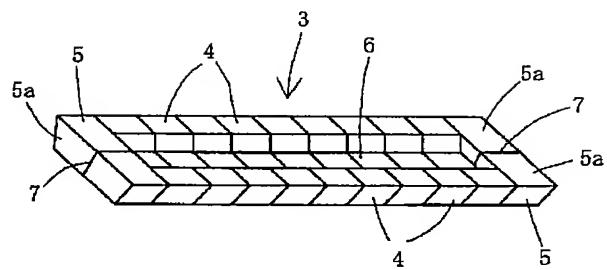
3…るつぼ

※40 7…スリット

【図2】



【図1】



(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-298566

(43)公開日 平成6年(1994)10月25日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/58	1 0 5 L			
	1 0 3 H			
	1 0 4 N			
C 2 3 C 14/24	A	9271-4K		

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21)出願番号	特願平5-88882	(71)出願人	000003296 電気化学工業株式会社 東京都千代田区有楽町1丁目4番1号
(22)出願日	平成5年(1993)4月15日	(72)発明者	安達 健一 福岡県大牟田市新開町1 電気化学工業株式会社大牟田工場内
		(72)発明者	佐々木 欣夫 福岡県大牟田市新開町1 電気化学工業株式会社大牟田工場内
		(72)発明者	今村 保男 福岡県大牟田市新開町1 電気化学工業株式会社大牟田工場内

(54)【発明の名称】導電性セラミックス焼結体及びその用途

(57)【要約】

【目的】窒化硼素、窒化アルミニウム及び二硼化チタンを主成分とする導電性セラミックス焼結体の耐酸化性を向上させ、もってポートの使用寿命を向上させる。

【構成】窒化アルミニウムと二硼化チタンの合計量50～85重量%で窒化硼素15～50重量%である主成分100重量部あたり、アルカリ土類金属酸化物、希土類酸化物及びアルカリ土類金属硼酸塩から選ばれた一種又は二種以上の副成分0.3～10重量部の割合で含有されてなることを特徴とする導電性セラミックス焼結体、及びこの導電性セラミックス焼結体で構成されてなる金属蒸発用容器。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 窒化アルミニウムと二硼化チタンの合計量50～85重量%で窒化硼素15～50重量%である主成分10重量部あたり、アルカリ土類金属酸化物、希土類酸化物及びアルカリ土類金属硼酸塩から選ばれた一種又は二種以上の副成分が0.3～10重量部の割合で含有されてなることを特徴とする導電性セラミックス焼結体。

【請求項2】 温度500℃における酸化速度が $3 \times 10^{-3}$ 重量%/Hr以下であることを特徴とする請求項1記載の導電性セラミックス焼結体。

【請求項3】 請求項1又は2記載の導電性セラミックス焼結体で構成されてなることを特徴とする金属蒸発用容器。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、耐酸化性に優れた導電性セラミックス焼結体、及びその導電性セラミックス焼結体で構成されてなる長寿命の金属蒸発用容器に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、金属蒸発用容器としては、各種複合セラミックス材料が使用されており、中でもA1蒸着用容器（以下、ポートという）としては、窒化硼素、窒化アルミニウム、二硼化チタンを主成分としてなるものが知られている。例えば、

(1) チタニウムもしくはジルコニウムの硼化物、窒化物、炭化物又は珪化物が40～60重量%、残部が主として窒化アルミニウムと窒化硼素からなり、その残部における窒化アルミニウムの割合が60重量%以上の耐火材料で構成されてなる抵抗加熱るつぼ（特公昭49-44091号公報）。

(2) 10重量%までの窒化硼素、窒化アルミニウム及び二硼化チタンを主成分とし、焼結助剤として、アルカリ土類金属、希土類元素の酸化物、周期律表第4～8属の金属、硼化物又は炭化物、カリウム水素化物又はカーボンブラックを添加して焼結された焼結体（特開平3-208865号公報）。

【0003】 ポートは、通常、以下のように使用されるが、(1)の抵抗加熱るつぼでは耐酸化性が十分でないのでポートの寿命が短かった。すなわち、ポート中央部に形成された溝部にA1を入れ、チャンバーを真空に引き、ポートを通電加熱してA1を蒸着する。蒸着終了後は、通電を止め、真空を解除しチャンバーを解放するが、この場合、A1の蒸着総時間を短縮するためにチャンバーの解放を早めると、ポートは比較的高温（500～600℃）で大気と接触することになる。そのため、ポートの主成分のうち、二硼化チタンは酸化されて蒸着特性が不安定になり、A1を蒸着することができなくなるか又はクラックの発生によりポートの寿命が短くなる。

【0004】 一方、(2)の焼結体で構成されたポート

2

は、窒化硼素の含有量が最大10重量%であるため、通電・冷却の繰り返し使用時に受ける熱衝撃に耐えることができず、これまた使用寿命が短かいものであった。

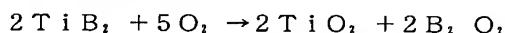
## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、窒化硼素、窒化アルミニウム及び二硼化チタンを主成分とする導電性セラミックス焼結体の耐酸化性を向上させ、もってポートの使用寿命を向上させることを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 すなわち、本発明は、窒化アルミニウムと二硼化チタンの合計量50～85重量%で窒化硼素15～50重量%である主成分100重量部あたり、アルカリ土類金属酸化物、希土類酸化物及びアルカリ土類金属硼酸塩から選ばれた一種又は二種以上の副成分が0.3～10重量部の割合で含有されてなることを特徴とする導電性セラミックス焼結体、この導電性セラミックス焼結体において、温度500℃における酸化速度が $3 \times 10^{-3}$ 重量%/Hr以下であることを特徴とする導電性セラミックス焼結体、及びこれらの導電性セラミックス焼結体で構成されてなる金属蒸発用容器である。

【0007】 以下、さらに詳しく本発明について説明すると、A1蒸着終了後の冷却時に、ポートが数百℃の大気に解放されると二硼化チタンが次式によって酸化を受け、ポート表面は風化したように体積膨張して微細なクラックが発生する。



【0008】 本発明者らは、二硼化チタンの酸化挙動についてさらに詳しく検討したところ、その酸化速度は、400℃、600℃の温度付近では遅く、500℃付近で最大になることを見いだした。そして、導電性セラミックス焼結体は、通常、その主成分である窒化硼素、窒化アルミニウム及び二硼化チタンの混合原料粉末を予備成形した後、黒鉛治具を用いてホットプレス焼結して製造されるが、この場合、予備成形体と黒鉛治具又はカーボン雰囲気との反応によってA1、C<sub>1</sub>が生成し、それがポートの耐酸化性を劣化させることを併せ見いだした。

【0009】 すなわち、本発明者らは、ポートに内在したA1、C<sub>1</sub>は、大気中の水分と反応してA1(OH)<sub>2</sub>とC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>に変化する際に体積膨張による微細なクラックを発生させ、そのクラック表面に露出したTiB<sub>2</sub>が大気中の酸素と反応し酸化が進行するというメカニズムを導いた。そして、この酸化反応を阻止するには、上記主成分の割合を調整し特定量のアルカリ土類金属酸化物、希土類酸化物及びアルカリ土類金属硼酸塩から選ばれた一種又は二種以上の副成分を添加して焼結すればよいことを見いだしたものである。

【0010】 本発明の導電性セラミックス焼結体は、主成分100重量部あたり副成分0.3～10重量部の割合で構成され、その主成分は、窒化アルミニウムと二硼化チタンの合計量50～85重量%と窒化硼素15～50重量%で構成

されている。主成分の窒化硼素の割合が15重量%未満では耐熱衝撃性が不足し、一方、50重量%をこえると溶融金属に対する耐食性が低下する。好ましい主成分の窒化硼素の割合は、15～30重量%である。主成分中の窒化アルミニウム：二硼化チタンの重量比は、1:1.5～1:4であることが好ましい。

【0011】本発明の導電性セラミックス焼結体は、主成分100重量部あたり、アルカリ土類金属酸化物、希土類酸化物及びアルカリ土類金属硼酸塩から選ばれた一種又は二種以上の副成分を0.3～10重量部好ましくは0.5～5重量部含んでなるものである。副成分が0.3重量部未満では耐酸化性を十分に向上させることができず、一方、10重量部をこえると耐熱衝撃性が不足する。副成分は、ポート内の抵抗のバラツキを低減させるという驚くべき効果もある。

【0012】本発明で使用される好適な副成分を例示すると、アルカリ土類金属酸化物としては、例えばCaO、MgO、SrO等、希土類酸化物としては、例えばScO<sub>3</sub>、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、LaO、CeO<sub>2</sub>、AcO、ThO<sub>2</sub>、Pr<sub>6</sub>O<sub>11</sub>、Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等、アルカリ土類金属硼酸塩としては、例えばCaO·B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、MgO·B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SrO·B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等であり、また、それらのいずれか一種以上の組合せとしては、例えばCaO·Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、2CaO·3B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、MgO·B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、2CaO·3B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、2CaO·3B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·Pr<sub>6</sub>O<sub>11</sub>、2CaO·3B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等をあげることができる。これらの内で特に好ましいものは、二種以上の組合せであり、例えば2CaO·3B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、CaO·B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、2CaO·3B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·CeO<sub>2</sub>等である。

【0013】本発明の導電性セラミックス焼結体の耐酸化性を、大気中、温度500℃で60時間加熱した際の重量増加率を時間で除した酸化速度（重量%/60Hr）として定義した場合、それが3×10<sup>-3</sup>重量%/Hr以下特に2×10<sup>-3</sup>重量%/Hr以下であることが望ましい。酸化速度が3×10<sup>-3</sup>重量%/Hrをこえると、ポートの蒸着特性が不安定となってA1蒸着ができなくなるか又はクラックが発生してポートが長寿命でなくなる。

【0014】また、本発明の導電性セラミックス焼結体の曲げ強度は、取扱中の折損防止の観点から1500kg/cm<sup>2</sup>以上特に1800kg/cm<sup>2</sup>以上であることが望ましい。また、気孔率については、ポート使用時の必要強度を確保するために、6%以下特に4%以下であることが望ましい。

【0015】本発明の導電性セラミックス焼結体の製造例を説明する。窒化硼素粉末、窒化アルミニウム粉末及\*

\* び二硼化チタン粉末からなる主成分と、アルカリ土類金属酸化物、希土類酸化物及びアルカリ土類金属硼酸塩から選ばれた一種又は二種以上からなる副成分とを上記した導電性セラミックス焼結体の組成割合で混合する。混合粉末の粒径は、20μm以下特に10μm以下であることが好ましい。

【0016】混合粉末は、ホットプレス法による焼結が望ましいが、必要に応じて、常圧焼結法、HIP成形法をも採用することができる。ホットプレス法の条件は、窒素、アルゴン、ヘリウム、真空等の非酸化性雰囲気下、温度1750～2050℃、圧力50～350kg/cm<sup>2</sup>が好ましい。温度が1750℃未満であるか又は圧力が50kg/cm<sup>2</sup>未満では焼結体密度は向上せず、ポート使用時の締め付けに耐える強度が得られない。一方、温度が2050℃をこえるか又は圧力が350kg/cm<sup>2</sup>をこえると、ホットプレスに使用される黒鉛補材の寿命が短くなる。

#### 【0017】

【実施例】以下、実施例と比較例をあげてさらに具体的に本発明を説明する。

#### 【0018】実施例1～10 比較例1～7

主成分である窒化硼素(BN)、窒化アルミニウム(AlN)、二硼化チタン(TiB<sub>2</sub>)の各原料粉末(粒径は全て10μm)と表1に示す副成分とを表1の配合割合で混合し、それを温度2000℃、圧力250kg/cm<sup>2</sup>でホットプレス焼結した。得られた焼結体の金属蒸発容器としての特性を以下のように評価した。それらの結果を表2に示す。

【0019】(1) 気孔率：焼結体の実測密度と理論密度から算出した。

(2) 曲げ強さ：JIS R 1601に準拠して曲げ試片を切り出して測定した。

(3) ポートの使用寿命：得られた焼結体からポート(幅6×厚み4×長さ110mm)を加工し、A1を加工溝(幅4×深さ2×長さ40mm)に60mg投入し、真空中、ポート温度1500℃にて通電加熱した。A1蒸着が1回終了する毎にポート温度500℃にて真空解除し室温まで冷却した。この蒸着試験を繰り返し行い、ポートにクラックが発生するか又はA1が蒸着できなくなった時点におけるポートの繰り返し使用回数を測定した。

(4) ポートの耐酸化性：ポート重量(W<sub>0</sub>)と、それを大気中、温度500℃×60時間で加熱した後のポート重量(W<sub>1</sub>)から、次式により算出した。

$$\text{酸化速度} = [(W_1 - W_0) / W_0] \times (100 / 60) \text{ (重量% / Hr)}$$

#### 【0020】

【表1】

		主成分(重量部)			副成分(重量部)		
		BN	AlN	TiB <sub>2</sub>	2CaO・3B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	その他
実施例	1	20	30	50	1	1	—
	2	25	30	45	3	3	—
	3	20	30	50	—	1	CaO・B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 1
	4	25	30	45	—	3	CaO・B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 3
	5	20	30	50	—	1	MgO・B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 1
	6	22	30	48	—	3	MgO・B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 3
	7	20	30	50	1	—	CeO <sub>2</sub> 1
	8	30	20	50	1	—	Pr <sub>6</sub> O <sub>11</sub> 1 Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 1
	9	15	30	55	1	1	—
	10	35	20	45	1	1	—
比較例	1	20	30	50	—	—	—
	2	20	30	50	0.2	—	—
	3	20	30	50	7.5	7.5	—
	4	10	10	80	1	1	—
	5	60	30	10	1	1	—
	6	70	10	20	1	1	—
	7	5	35	60	1	1	—

【0021】

【表2】

		気孔率(%)	曲げ強度(kg/cm <sup>2</sup> )	使用寿命(回)	耐酸化性(%/Hr)	総合判定
実施例	1	4.5	1850	595	2×10 <sup>-3</sup>	◎
	2	3.5	2000	745	1×10 <sup>-3</sup>	◎
	3	4.0	1900	575	2×10 <sup>-3</sup>	◎
	4	3.5	2000	680	1×10 <sup>-3</sup>	◎
	5	4.0	1900	565	2×10 <sup>-3</sup>	◎
	6	3.5	2000	655	1×10 <sup>-3</sup>	◎
	7	3.5	1950	710	1×10 <sup>-3</sup>	◎
	8	3.5	1950	700	1×10 <sup>-3</sup>	◎
	9	3.5	1950	590	1×10 <sup>-3</sup>	◎
	10	3.0	1850	730	1×10 <sup>-3</sup>	◎
比較例	1	5.5	1700	250	10×10 <sup>-3</sup>	×
	2	5.0	1750	310	9×10 <sup>-3</sup>	×
	3	3.5	1800	85	5×10 <sup>-3</sup>	×
	4	3.5	1800	120	6×10 <sup>-3</sup>	×
	5	8.0	1200	100	8×10 <sup>-3</sup>	×
	6	9.5	900	65	8×10 <sup>-3</sup>	×
	7	5.5	1800	75	4×10 <sup>-3</sup>	×

【0022】

【発明の効果】本発明の導電性セラミックス焼結体は、

所望の導電性、耐熱衝撃性、溶融金属に対する耐食性を有していると共に、耐酸化性に優れている。本発明の導

電性セラミックスで構成された金属蒸発用容器は、耐酸 \* しかも長寿命である。  
化性が大であるのでA1蒸着総時間の短縮に対応でき、\*



(2,000円)

特許願 (P)

昭和49年 8月9日

特許長官 齊藤英雄殿

1. 発明の名称  
金属蒸発用容器

2. 発明者

居所 東京都町田市旭町3-5-1  
デンキカクコウキョウカブシキガイシャチウカケキウヨウナイ  
電気化学工業株式会社中央研究所内

氏名 イシイマサジ (ほか2名)

3. 特許出願人

住所 郵便番号 100  
東京都千代田区有楽町1丁目10番地

名称 (329) 電気化学工業株式会社

代表者 花岡彌六

4. 添付書類の目録

(1) 明細書 1通  
(2) 図面 1通  
(3) 願書副本 1通

49-090972

明細書

1. 発明の名称 金属蒸発用容器

2. 特許請求の範囲

少なくとも溶融金属と接触する面上にタンゲステン、タンタル、モリブデンから選ばれた一種以上の金属を被覆してなる導電性セラミックス製金属蒸発用容器。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、導電性セラミックスからなる改良された真空蒸発用容器に関する。さらには容器と溶融金属との濡れ性良好な、蒸発速度の高い金属蒸発用容器に関する。

従来、金属蒸発用容器はタンゲステン網、タンタル(Ta)、モリブデン(Mo)などの高融点金属からなるポートなどがあるが、これらは溶融金属との濡れ性はすぐれているが、逆に侵食されやすく、通常繰返し使用することは困難である。

また耐食性、導電性に富んだニホウ化チタン( $TiB_2$ )やニホウ化ジルコニウム( $ZrB_2$ )などの高融点化合物からなる導電性セラミックス製真空蒸

後記なし

⑯ 日本国特許庁

## 公開特許公報

⑪特開昭 51-18942

⑬公開日 昭51.(1976)2.14

⑭特願昭 49-90972

⑮出願日 昭49.(1974)8.8

審査請求 有 (全4頁)

庁内整理番号

7/28 42

7/28 42

⑯日本分類

12 A25  
1300D61⑮ Int.CI<sup>2</sup>

C23C 13/12

発用容器が用いられているが、これらは繰返し使用という面からは金属容器よりすぐれているが溶融金属に対する濡れ性が良好でない欠点があつた。

溶融金属は主として容器表面からの熱伝導により温度上昇し、真空中で蒸発するに至るが、容器との濡れ性が悪いと溶融金属は容器表面を充分に濡らさないため伝熱量が不足し、溶融金属の温度上昇が困難となり、充分なる蒸発速度が得られない。

本発明者は、溶融金属に対して単体では侵食を受けるW, Mo, Taから選ばれた一種以上の金属を導電性セラミックス製容器の溶融金属と接触する表面上に被覆することにより前記欠点が解消されることを見出した。

本発明は、少なくとも溶融金属と接触する面上にW, Mo, Taから選ばれた一種以上の金属を被覆してなる導電性セラミックス製金属蒸発用容器を提供することを目的とする。本発明の金属蒸発用容器は真空蒸着に使用されるポート、ルツボなど

を総称する。

本発明の導電性セラミックスは例えば  $TiB_2$ ,  $ZrB_2$  の如き導電性耐食性物質を 20~95% 重量<sup>1</sup> 含み、残部は主として窒化ホウ素 (BN), 窒化アルミニウム (AlN) の如き銀気絶縁性耐食性物質からなる複合体であり、比抵抗 40~6000  $\mu\Omega\cdot cm$  のものが用いられる。

本発明の被覆する W, Mo, Ta は、従来これらが真空蒸発用容器として使用されている高融点金属であり、真空蒸発に通常使用されるアルミニウム、ニクロムなどの溶融金属に対して極めて良好な濡れ性を示し、高温で蒸気圧の低い金属である。その他の被覆する物質としては、これら以外の金属やセラミックスを含むことは可能であるが、W, Mo, Ta の少なくとも一種を 30 重量% 以上含むことが必要で、30% 以下になると金属の濡れ性が不良となり、本発明の目的を達成し得ないので好ましくない。

本発明において導電性セラミックス製容器の表面をこれらの物質で被覆する方法は、1) 蓋布乾

燥法、2) 溶射法、3) 気相蒸着法などが好適である。蓋布乾燥法については、被覆物質の少なくとも 1 種以上からなる粉末を水、トルエン、ヘキサンなどの易揮発性溶媒によく分散させた懸濁液を容器に塗布、乾燥するか、またはこの粉末をアルミナゾル、シリカゾル、硝酸アルミニウム水溶液などと混合したものを、蓋布乾燥した後焼成する方法である。

塗布後の乾燥温度は 60~200°C の範囲が適当であり、更に焼成温度は 200~1000°C の範囲が適当である。

被覆の厚さは 30~300  $\mu$  の範囲が好ましい。溶射法の場合には、200~300 メッシュの被覆物質を常法により溶射することが好ましい。気相蒸着法の場合には、例えば塩化タンクステン (WCl<sub>6</sub>) のガスを 700°C 以上の水素気流中で還元し、容器内部表面に W を析出させる方法により被覆することができる。

以下、真空蒸着用ポート (以下ポートといふ) の実施例について本発明を説明する。

3

4

#### 実施例 1

$TiB_2$  を主成分とする市販の導電性セラミックス (電気化学工業社製商品名 BN コンポジット EC) 製のポート、すなわち、巾 6 mm, 厚さ 4 mm, 長さ 100 mm の棒の中央上部に巾 4 mm, 長さ 4 mm, 深さ 2 mm の凹部 (以下キャビティといふ) を形成したポートのキャビティ内面にいずれも 325 メッシュ以下の W, Mo, Ta の微粉末をそれぞれ 20 容量部をアセトン 80 容量部に分散した懸濁液を刷毛塗りし、120°C 乾燥内で、30 分乾燥後、直徑 1.2 mm のアルミニウム線 0.3 g をキャビティ内に挿入し、これを真空蒸着機にセットし、蒸着試験を行なつた。蒸発は真空度  $2 \times 10^{-6}$  Torr でポート両端に 8 V の電圧を印加して加熱を開始した。アルミニウムは印加後約 10 秒で溶解をはじめた。全部溶解後電源を切り、ポートを蒸着機より取り出しキャビティ表面の状態を観察した。結果を表 1 に示す。また、その一例を第 1 図、第 2 図に示す。

第 1 図はキャビティ内面に Mo を被覆した場合、第 2 図はキャビティ内面になにも被覆をしなかつた場合である。

第 1 表

	実験	被覆物質	アルミニウムの濡れ状況
実施例	1	W	良好
	2	Mo	極めて良好 (第 1 図)
	3	Ta	"
	4	W50, Ta50	"
	5	Mo40, Ta60	良好
比較例	6	被覆なし	濡れ性不良 (第 2 図)

#### 実施例 2

実施例 1 と同材質、同形状寸法のキャビティ内に、粒度 100~200 メッシュの Mo 粉末をアルゴンプラズマ溶射により被覆したポートの内部にアルミニウム 0.3 g, アンチモン 0.2 g, ニッケル 0.4 g をそれぞれ挿入し、これを真空蒸着機にセットし、蒸着試験を行なつた。

蒸発は、真空度  $2 \times 10^{-6}$  Torr 両端に 8 V の電圧

5

-260-

6

を印加し蒸発中の濡れの状態を観察した。

蒸発金属の濡れの状態と蒸発終了までの時間の測定結果を第2表に示す。

第 2 表

	実験 No	蒸発金属	被覆の有無	蒸発金属の濡れ状態	蒸発終了までの時間 (Sec)
実 施 例	7	A &	M o 被覆	良 好	30
	8	S b	"	"	55
	9	N i	"	"	65
比 較 例	10	A &	被 覆 無	玉状の部分が多い 蒸発速度 小	220
	11	S b	"	キャビティ端部2カ所 が濡れず	322
	12	N i	"	玉状になり濡れず蒸発 速度も極端に遅い	—

以上の実施例からわかる如く、本発明の金属蒸発用容器は、各種金属との濡れ性が良好で、このためにポートから溶融金属への熱伝導が良く、蒸発速度が大きい、従来品よりも優れた容器である。

4図面の簡単な説明

7

第 1 図



第 2 図



特開 昭51-18942 (3)  
第1図は実施例のキャビティ内ICM被覆を行なつたポートによりアルミニウムを蒸発させたポートの写真である。第2図は被覆を行なわないポートによりアルミニウムを蒸発させたポートの写真である。

特許出願人 電気化学工業株式会社

5. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発明者

居所 東京都町田市旭町3-1-1  
デンキカクウヨウカクスギナシ チヨウカケンキュウヨウナ  
電気化学工業株式会社 中央研究所内  
氏名 ミコガミ アキオ  
御子神 昭夫  
居所 同 所  
氏名 ミヤイ 井 明

## 住 所 変 更 届

特開昭51-18942 (4)

昭和50年1月23日

特許庁長官 齊藤英雄殿

1 事件の表示 昭和49年特許第90972号

2 発明の名称 金属蒸発用容器

3 変更に係る表示

フリガナ チヨダ クニクラクチヨウ  
 変更前の表示 東京都千代田区有楽町1丁目10番地  
 郵便番号 100

フリガナ チヨダ クニクラクチヨウ  
 変更後の表示 東京都千代田区有楽町1丁目4番1号

4 変更原因および  
その発生年月日 昭和50年1月1日 住居表示実施

5 変更した者

事件との関係 特許出願人 

チヨダ クニクラクチヨウ  
 住 所 東京都千代田区有楽町1丁目4番1号

名 名 (329) 電気化学工業株式会社

代表者   
 50.1.23  


⑯日本国特許庁

⑮特許出願公開

## 公開特許公報

昭53-20256

⑯Int. Cl<sup>2</sup>:  
B 66 C 23/54  
B 66 C 23/14

識別記号

⑯日本分類  
83 F 24  
83 F 42

庁内整理番号  
7140-38  
7723-38

⑯公開 昭和53年(1978)2月24日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全3頁)

### ⑯ダブルリンク型引込クレーン付浮クレーン

番1号 住友重機械工業株式会  
社内

⑯特 願 昭51-93235

⑯出 願 昭51(1976)8月6日

⑯發明者 美津口亀夫  
東京都千代田区大手町二丁目2

⑯代 理 人 弁理士 小山総三郎

### 明細書

#### 1. 発明の名称

ダブルリンク型引込クレーン付浮クレーン

#### 2. 特許請求の範囲

台船上に旋回可能に設けたダブルリンク型引込クレーンの上部リンクをウイシテにより伸縮操作可能としたワイヤロープで構成し、ウエイトレバーは旋回柱に昇降可能に設けると共に、下部リンク先端に連結したワイヤロープの他端をウエイトレバーに着脱可能に連結し、下部リンク基端部には引込用ロッドを着脱可能に連結したことを特徴とする浮クレーン。

#### 3. 発明の詳細な説明

本発明は、ダブルリンク型引込クレーンを備えた浮クレーンに関するものである。

この種クレーンは吊荷を略水平に移動できると共に、荷振れが少いため作業性が極めて優れている反面、重心が高く、かつ受風面積が大きいので荒天時(台風の際)や長距離航行時には転覆の危険性があ

り、そのため、これらの際には上下両リンク及びジブを取り外すことが行われているがその取外しや再組立に当つて別のクレーンを必要とし、大変不経済であると共に、該クレーンによつて取外しや組立を行うのはその作業が面倒で且つ多大な時間を費いやさなければならない。この発明の目的はダブルリンク型引込クレーン付浮クレーンの上下両リンク及びジブをクレーン本体から取外すことなく船上に倒伏装置し、かつ自力で容易に再組立できるようにした浮クレーンを提供しようとするものである。

その実施例を図面について説明すると、1は台船で該台船1上の一側には固定塔2を立設している。3は前記固定塔2上に旋回可能に設けた旋回柱でその上部には基端部を旋回柱3に枢着して斜設した腕杆からなる下部リンク4とワイヤロープからなる上部リンク5とを介してジブ6を可動的に取付け、下部リンク4の基端部に着脱自在にピン着した引込ロッド7の操作によりジブ6先端の吊荷を略水平に引込むダブルリンク型引込クレーンを構成している。8は旋回柱3の前記下部リンク取付側とは反対側に

その一端を枢着したウエイトレバーである。9はその中程を旋回柱3上のシープ10に巻回したバランスロープで、該ロープの一端は、前記ウエイトレバー8の遊端に着脱可能に連結し、他端は下部リンク4の上端部に連結して旋回柱3に作用するモーメントを打消す構造としている。11は巻上機械室12はフック昇降ロープ13の操作用ワインチ14は航行姿勢に転向させた巻上機械室11を台船1に止め付ける係留金具である。15は巻上機械室11上に設けたウエイトレバー8の受台である。16は上部リンク5を構成するワイヤロープを操作するワインチで、ブレーキやラチエット等(図示せず)を併用し、所定状態を強力に固定可能としている。17は浮クレーン航行姿勢に倒伏した下部リンク4およびジブ6を支持する受台である。

本発明は以上のように構成されているので、台船1上に装備した稼動姿勢のダブルリンク型引込クレーンを台船1上に倒伏させ浮クレーン航行姿勢に変更させるには、図示のクレーン本体を180°旋回させた後、引込ロッド7を操作して下部リンク4を起

仰させ、バランスロープ9を介して運動するウエイトレバー8を降下させて受台15にウエイトレバー8を支持させる。次いでウエイトレバー8からバランスロープ9を取り外すと共に、ワインチ16を巻取り操作し上部リンク5でジブ6を介して下部リンク4を支持しておき、引込用ロッド17と下部リンク4との結合ピンを除去する。しかる後、ワインチ16を巻戻し操作すると、上部リンク5のリンク長さが伸びて下部リンク4およびその先端に装備したジブ6が倒伏降下し破線の如く台船1上の受台17に支持され浮クレーン航行姿勢<sup>から稼動姿勢</sup>とすることができる。浮クレーンを航行姿勢に復元するには、上記操作の逆操作で迅速かつ軽快に復元することができる。

尚、引込ロッド7を2重筒構造とし、ワインチ16の操作によるワイヤロープとジブ6とを介して下部ワインチ4を若干起仰した際、引込ロッド長が縮小可能としておけば引込ロッド7と下部リンク4との結合ピンの押脱操作が容易となる。又、復元の際ワインチ16を操作し、上部リンク5の長さを再度

所定長調整するが、ワインチ機構やロープ装置にストップやリミットスイッチを設けておくとその作業を容易に行うことができる。

以上のように、本発明はダブルリンク型引込クレーン付浮クレーンの上下両リンク及びジブを船上に倒伏装置し、浮クレーンの重心や受風面積を大巾に低下して安全に航行することができ、かつ、自力で容易に再組立でき、別のクレーンを使用しないから極めて経済的であり、又、その倒伏装置や再組立にも容易且つ短時間に行える等その効果は甚だ大である。

#### 4. 図面の簡単な説明

図面はこの発明の実施例を示したもので、側面図である。

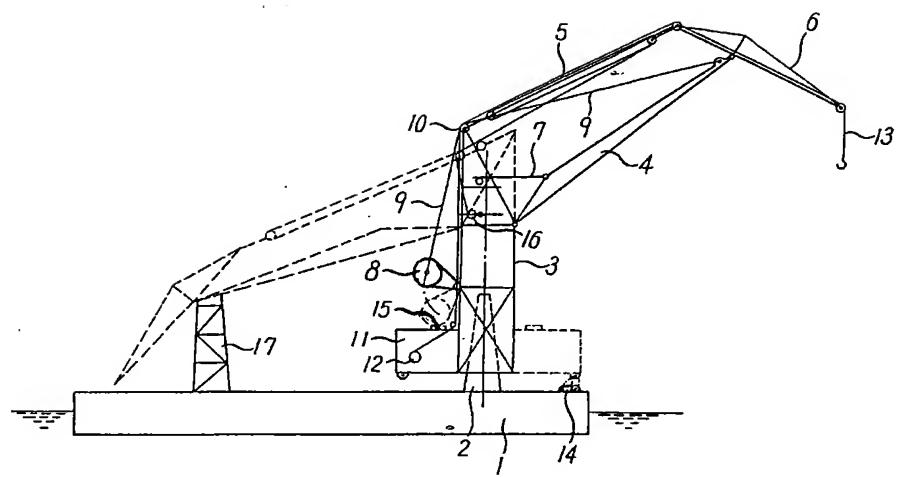
1…台船	2…固定塔
3…旋回柱	4…下部リンク
5…上部リンク	6…ジブ
7…引込ロッド	8…ウエイトレバー
9…バランスロープ	10…シープ
11…巻上機械室	12…ワインチ

13…フック昇降ロープ 14…係留金具

15…受台(ウエイトレバー8用)

16…ワインチ

17…受台(下部リンク4およびジブ6用)



(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-93788

(P2000-93788A)

(43)公開日 平成12年4月4日 (2000.4.4)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テマコート(参考)

B 0 1 J 19/08

B 0 1 J 19/08

H

C 2 3 C 14/24

C 2 3 C 14/24

A

審査請求 有 請求項の数4 O.L (全4頁)

(21)出願番号 特願平11-130114

(22)出願日 平成11年5月11日(1999.5.11)

(31)優先権主張番号 19821772-2

(32)優先日 平成10年5月14日(1998.5.14)

(33)優先権主張国 ドイツ (DE)

(71)出願人 391018156

エレクトロシュメルツベルク・ケンブテン  
・ゲゼルシャフト・ミット・ベシュレン  
クテル・ハフツング

ELEKTRO SCHMELZWERK  
KEMPTEN GESELLSCHAFT  
MIT BESCHRANKTER  
HAFTUNG

ドイツ連邦共和国 ミュンヘン ハンス-  
ザイデループラツツ 4

(74)代理人 100073874

弁理士 萩野 平 (外4名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 改良された初期濡れ性能を有するセラミック蒸発ポート及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 表面の金属濡れ性に優れる蒸発ポートを提供する。

【解決手段】 導電性成分及び非導電性成分からなるセラミック材料製金属蒸発用蒸発ポートにおいて、前記セラミック材料の導電性成分が金属の蒸発が起こる蒸発ポートの表面で濃縮されていることを特徴とする蒸発ポート。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】導電性成分及び非導電性成分からなるセラミック材料製金属蒸発用蒸発ポートにおいて、前記セラミック材料の導電性成分が金属の蒸発が起こる蒸発ポートの表面で濃縮されていることを特徴とする蒸発ポート。

【請求項2】蒸発ポートを構成する非導電性成分が蒸発し、同時に導電性成分のみが溶融するように、それ自身既知の金属の蒸発用蒸発ポートの表面を高エネルギーームにより加熱することを特徴とする請求項1記載の蒸発ポートの製造方法。

【請求項3】蒸発ポートを構成するセラミック材料の導電性成分からなる粉末をそれ自身既知の蒸発ポートの表面に塗布し、前記導電性材料の導電性層を形成するように前記粉末を高エネルギーームにより溶着することを特徴とする請求項1記載の蒸発ポートの製造方法。

【請求項4】それ自身既知の蒸発ポートの表面をセラミック材料の導電性成分及び加熱過程で蒸発する有機又は無機バインダーから成るペーストで被覆し、加熱することを特徴とする請求項1記載の蒸発ポートの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【産業上の利用分野】

【0002】本発明は、改良された初期濡れ性能を有するセラミック蒸発ポート、及びそのポートの製造方法に関する。

## 【従来の技術】

【0003】柔軟な支持体を金属、特にアルミニウム、で被覆するのに最も広く使用されている方法は、高真空テープ被覆法である。被覆対象の支持体は、その表面に薄い金属層として蒸着されるアルミニウム蒸気に曝されながら冷却ロール上を通過する。

【0004】必要な一定の蒸気流を発生させるために電流を直接通すことによって、蒸発ポートとして知られるセラミック蒸発器を約1450°Cに加熱する。約10<sup>-4</sup>ミリバールの真空中で、アルミニウム線を連続的に供給し、セラミック表面で液化して蒸発させる。金属化装置内には、支持体の幅全体にわたって一様な厚さのアルミニウム層が蒸着されるように一連の蒸発ポートが配置される。

【0005】蒸発ポートは、二ホウ化チタン(TiB<sub>2</sub>)及び窒化ホウ素(BN)および/または窒化アルミニウム(AlN)をホットプレスして作るのが一般的である。このような蒸発ポートでは、TiB<sub>2</sub>は、蒸発器をオーム抵抗体のように加熱する導電性成分である。

【0006】テープ被覆装置の運転での主要な課題の1つは、蒸着金属による蒸発ポートの初期濡れである。実際に、作業員は、最適の方法で蒸発ポートが初期濡れを行なうことができるように、極めて多くの経験を積まな

ければならない。従って、“慣らし手順(break-in procedure)”と言う用語が、蒸発ポートのこのような初期濡れを説明するのに定着していて、この段階の複雑さを言い当てている。従って、運転立ち上げ(running-up)の期間は、蒸発ポートのキャビティの濡れは不完全のことがある。こうしたことから、アルミニウム線が供給される側とは反対側での蒸着が増えることになり、このようなことになると、作業員は、所要の蒸発速度を得るために蒸発ポートを“加熱”する操作、即ちそのポートを極めて高温に加熱せざるを得ない。そうすると、蒸発ポートの寿命が大幅に短くなる。

【0007】更に、濡れが充分でないことは、蒸発ポートのキャビティの濡れが不均一であることに相当する。結果として、蒸発対象の金属が均一に連続して蒸発することはそれ以後は不可能である。こうなると、作業員は、常に蒸発ポートの加熱を調節しなければならない。結果として、セラミックは、平均して過熱状態で運転される。こうなれば、蒸発ポートの寿命は、既に述べたように大幅に短くなる。

【0008】極めて大きい電気抵抗を有する蒸発ポートの場合、蒸着装置の電圧は、ポートを濡れ温度まで加熱するのに一般的に不十分である。そのような蒸発ポートが従来の蒸発ポートより簡単に濡れるようならば、充分な濡れ温度に達しないうちでも或る程度の濡れは起こるだろう。結果として、蒸発ポート-アルミニウム浴の系の電気抵抗は比較的小さくなる。こうなると、直ちに比較的大きい電流が得られて、更に蒸発ポートの加熱が良くなり、極めて優れた濡れが得られる。

【0009】こうなることによって、蒸発ポート毎に電気抵抗がばらつくという問題はそれほど深刻ではなくなり、高抵抗の蒸発ポートを原因とする蒸着装置の停止は起こらなくなる。

【0010】蒸発対象の金属による蒸発器材料の濡れが良くなればなるほど、蒸発ポートが過熱される恐れもそれだけ少なくなり、従って蒸発ポートの寿命が大幅に短くなることもそれだけ少なくなる。更に、優れた濡れにより、蒸発ポートのキャビティの金属浴の組成が最適となり、従って蒸発状態が改良されて蒸発ポートにかかる応力は比較的均一となるので、蒸発ポートの寿命は更に延びる。

## 【0011】

【発明が解決しようとする課題】金属の蒸発用であつて、導電性成分と非導電性成分から成るセラミック材料製蒸発ポートを提供することが本発明の1つの目的であり、この蒸発ポートは、蒸発対象の金属によって更に容易に初期濡れが得られる。

## 【0012】

【課題を解決するための手段】この目的は、金属の蒸発が起こる蒸発ポート表面のセラミック材料の導電性成分

が高濃度である蒸発ポートによって達成される。

【0013】金属の蒸発が起こる蒸発ポートの表面の導電性成分の含量は、蒸発ポートの残りの材料の導電性成分の含量と比較して少なくとも2%高いのが好ましい。

【0014】セラミック材料の導電性成分の層が、金属の蒸発が起こる蒸発ポートの表面に存在しているのが特に好ましい。

【0015】導電性成分層は、残りの蒸発ポート材料と電気的に接触するのが好ましい。結果として、この層は自己導電性であり、この材料の抵抗率は小さいので、蒸発ポートの他の材料よりも高温となる。このことによっても、蒸発ポートの表面の濡れ性が改良される。

【0016】蒸発ポートの表面の導電性成分の濃度は、従来の技術から知られる蒸発ポートを始点として、下記の3つの方法の1つによって得ることが好ましい：即ち、

1) 非導電性成分 [一般的に、BN (融点: 2300 °C) とAIN (融点: 2300 °C)] が蒸発し、同時に導電性成分 [一般的に、TiB<sub>2</sub> (融点: 2900 °C)] が溶融するように、一般的な操作で金属の蒸発が起こる蒸発ポートの表面を高エネルギーbeamによって加熱する。従って、蒸発ポートの表面を2900 °C超、又は少なくとも2700 °Cに加熱するように、高エネルギーbeamのエネルギー量を選ぶのが好ましい。こうすると、冷却後には、蒸発ポートの表面に導電性セラミック成分 (一般的にTiB<sub>2</sub>) の濃縮層が生成する。加熱時間を短くすると、蒸発ポートの表面での導電性セラミック成分量が少ない層となる。

2) 導電性セラミック成分から成る粉末を蒸発ポートの表面に塗布して、導電性セラミック材料の導電性層を形成するように、高エネルギーbeamで溶着する。このことは、例えば導電性セラミック成分としてTiB<sub>2</sub>の場合、それ自体公知のTiB<sub>2</sub>粉末被覆プロセスと類似の方法を使って達成できる。

3) 導電性セラミック成分から成る粉末を有機又は無機バインダーを使って加工するとペーストが生成されるので、このペーストを蒸発ポートの表面に被覆する。バインダーは、蒸発ポートの加熱過程で蒸発するように選ばれる。従って、蒸発ポートが加熱されると、バインダーが蒸発し、その後はアルミニウムによって濡らすことができる所望の導電性層が形成される。使用されるバインダーには、例えばグリセリンがある。この層は、2) で説明したような高エネルギーbeamを使って更に処理すると、導電性層と蒸発器の残りの材料との間に優れた接触が得られる。

【0017】一般的に、セラミック材料の導電性成分はTiB<sub>2</sub>である。

【0018】この目的のために、TiB<sub>2</sub>を含む粉末を導電性セラミック成分から成る粉末として使用するのが一般的である。TiB<sub>2</sub>粉末を使用する方を優先させ

る。

【0019】高エネルギーbeamとして、例えばレーザービームを使う場合、使用するレーザーは、例えば、ガスレーザー、固体状態又は半導体レーザーでもよい。

【0020】セラミック蒸発ポートの表面を高エネルギーbeamによって加熱するのは、不活性ガス状態のもとで行なうのが好ましい。不活性ガスの例はヘリウム及びアルゴンである。

【0021】本発明の蒸発ポートは公知の蒸発ポートと比較して次の長所を持っている：

1) 使用開始から、本発明のポートはばらつきがなく一定で (運転期間中) 、かつ均一な (場所的に) 蒸発となる優れた均一な濡れを発生する。

2) このポートは運転開始から定常運転なので、頻繁に調節をしなくて済む；

3) 蒸発ポートを形成する焼結体の抵抗の殆ど避け難いばらつきに起因する蒸発ポートのばらつきは、もはや濡れ性がなく、従って蒸着装置を停止しなければならないと言う高抵抗蒸発ポートの悪い効果は現れない。

【0022】次の実施例によって本発明を説明する。

【0023】

【実施例】実施例1：本発明による蒸発ポートの製造金属の蒸発が起こる、10×20×120mmの寸法で、TiB<sub>2</sub>が47.5重量%とBNが52.5重量%から成るセラミック材料から製造された蒸発ポートの表面を、アルゴン流の中で複数のトレース (trace) (長さ80mm) でYAGレーザー (波長=10.6μm/ビーム直径=6mm/電力100W) を使って照射した。

【0024】実施例2：本発明による蒸発ポートの製造金属の蒸発が起こる蒸発ポートの表面に、機械的に引っ搔いて深さ約0.5mmの溝を作った (10×20×120mm/TiB<sub>2</sub>が47.5重量%とBNが52.5重量%)。TiB<sub>2</sub>粉末がこれらの溝に入るよう振りかけた。実施例1で説明したYAGレーザーを使って溝の中の粉末を照射した。次いで、残りの粉末の残留分を圧縮空気を使って吹き飛ばした。

【0025】実施例3：本発明による蒸発ポートの製造TiB<sub>2</sub>粉末と、バインダーとしてのグリセリンのペーストを、金属の蒸発が起こる蒸発ポートの表面にへらを使って被覆した (10×20×120mm/TiB<sub>2</sub>が47.5重量%とBNが52.5重量%)。

【0026】実施例4：本発明の蒸発ポートと既知のセラミックポートとの比較

比較用の蒸発ポートとして、実施例1ないし3で説明した蒸発ポートを製造した焼結材料 (10×20×120mm/TiB<sub>2</sub>が47.5重量%とBNが52.5重量%) の同じバッチから、前記と同じ寸法の別の蒸発ポートを製造した。

【0027】この比較用蒸発ポートと、実施例1ないし

3で製造した本発明の蒸発ポートとを、下記の条件の下で比較した。

【0028】両蒸発ポートを端面の所定の位置で固定して、加熱に先立つて、金属の蒸発が起こる蒸発ポート表面の中央部に2gのAl線を置いた。 $<1 \times 10^{-4}$ ミリパールの真空中にした。このような高真空中で、傾斜型ソフトウェアプログラムを使って蒸発ポートを10分間にわたって直線的に3.96キロワットの電力まで加熱した。

【0029】蒸発ポートの電圧は蒸発ポートの端面で直接測定した。同時に、蒸発ポートを通る電流は回路の別の点で測定した。電圧と電流の測定値を1秒間隔で記録した。この測定値は実験後にデーターファイルとして利用した。

【0030】濡れているアルミニウムは、アルミニウムが無い場合の蒸発ポートと比較して電流を多く流すことができるので、アルミニウムによって蒸発ポートの表面が濡れることは、アルミニウムが無い蒸発ポートを流れる電流の増加と比較して、所与の電圧での電流の増加が不均衡となる。

【0031】このような電流の増加が起こる加熱用電力をグロー発光表面として計算すると、比較用蒸発ポートではグロー発光表面の単位面積当たり $4.4\text{W}/\text{cm}^2$ の濡れ用電力となるが、実施例1ないし3からの蒸発ポートに対する濡れ用電力は $<4.0\text{W}/\text{cm}^2$ となる。

【0032】この結果によると、本発明の蒸発ポートは、比較用蒸発ポートより低い温度で濡れていって、従つて既知の蒸発器より初期濡れ性能が優れていることが判る。

【0033】以下に本発明の好ましい実施形態を列挙する。

(1) 導電性成分及び非導電性成分からなるセラミック材料製金属蒸発用蒸発ポートにおいて、前記セラミック材料の導電性成分が金属の蒸発が起こる蒸発ポートの表面で濃縮されていることを特徴とする蒸発ポート。

(2) 金属の蒸発が起こる蒸発ポートの表面において、

導電性成分の含量が、蒸発ポートの残りの材料の導電性成分の含量に比較して少なくとも2%多いことを特徴とする上記(1)に記載の蒸発ポート。

(3) 導電性成分の層が、金属の蒸発が起こる蒸発ポートの表面に配置されることを特徴とする上記(1)に記載の蒸発ポート。

(4) 導電性成分がTiB<sub>2</sub>であることを特徴とする上記(1)ないし(3)のいずれかに記載の蒸発ポート。

(5) 蒸発ポートを構成する非導電性成分が蒸発し、同時に導電性成分のみが溶融するように、それ自身既知の金属の蒸発用蒸発ポートの表面を高エネルギービームにより加熱することを特徴とする上記(1)ないし(4)のいずれか1項に記載の蒸発ポートの製造方法。

(6) 蒸発ポートを構成するセラミック材料の導電性成分からなる粉末をそれ自身既知の蒸発ポートの表面に塗布し、前記導電性材料の導電性層を形成するように前記粉末を高エネルギービームにより溶着することを特徴とする上記(1)ないし(4)のいずれか1項に記載の蒸発ポートの製造方法。

(7) セラミック材料の導電性成分がTiB<sub>2</sub>であり、導電性成分から成る前記粉末がTiB<sub>2</sub>を含む粉末であることを特徴とする上記(6)に記載の方法。

(8) 使用される高エネルギービームが、レーザービームであることを特徴とする上記(6)又は(7)に記載の方法。

(9) それ自身既知の蒸発ポートの表面をセラミック材料の導電性成分及び加熱過程で蒸発する有機又は無機バインダーから成るペーストで被覆し、加熱することを特徴とする上記(1)ないし(4)のいずれか1項に記載の蒸発ポートの製造方法。

(10) 使用される前記バインダーがグリセリンであることを特徴とする上記(9)に記載の方法。

【0034】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、表面の金属濡れ性に優れる蒸発ポートが得られる。

## フロントページの続き

(72) 発明者 マルテン・ザイフェルト  
ドイツ連邦共和国 ケンプテン、フランツ  
イスカネルベク 23